

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

Daniel Baptista da Silva

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA ESTRATÉGIA ADESIVA
SOBRE A ESTABILIDADE DE UNIÃO RESINA-CERÂMICA**

Florianópolis
2010

Daniel Baptista da Silva

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA ESTRATÉGIA ADESIVA
SOBRE A ESTABILIDADE DE UNIÃO RESINA-CERÂMICA**

Dissertação submetida ao
Programa de Pós- Graduação em
Odontologia da Universidade
Federal de Santa Catarina para a
obtenção do Grau de Mestre em
Odontologia, área de concentração:
Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Alfredo
Meyer Filho

Co-Orientador: Prof. Dr. Mauro A.
C. de Andrada

Florianópolis
2010

FICHA CATALOGRÁFICA

S586a Silva, Daniel Baptista da

Avaliação da influência da estratégia adesiva sobre a estabilidade da união r
resina-cerâmica / Daniel Baptista da Silva; orientador
Alfredo Meyer Filho. – Florianópolis, 2010.
76 f.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Santa Catarina.
Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Odontologia.
Opção - Dentística.

Inclui bibliografia.

1. Porcelana dentária. 2. Cimentos dentários. 3. Dentística operatória.
I. Meyer Filho, Alfredo. II. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDU 616.314-089

Catálogo na fonte por: Vera Ingrid Hobold Sovernigo CRB-14/009

Daniel Baptista da Silva

**AValiação da Influência da Estratégia Adesiva
Sobre a Estabilidade de União Resina-Cerâmica**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do Título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração Dentística e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Florianópolis, 30 de junho de 2010.

Prof. Dr. Ricardo de Souza Magini
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Alfredo Meyer Filho
Orientador

Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro
Membro

Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes
Membro

Prof. Dr. Mauro Amaral Caldeira de Andrada
Suplente

A Deus
toda honra e glória,
agora e para sempre.

Ao meu avô, ELISEU BAPTISTA,
por ter sido o melhor avô do mundo.

Aos meus pais, ROBSON e ELISA,
exemplos de vida e dedicação, por todo o amor
recebido.

Aos meus irmãos, FELIPE e LUCIANA,
pelo carinho e atenção em todos os momentos.

À minha namorada, DAIANE,
companheira e amiga inestimável.

Amo demais vocês!!!!

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Dr. ALFREDO MEYER FILHO, pelos ensinamentos, conselhos, motivação e auxílio, minha estima, meu respeito e minha gratidão.

Ao Prof. MAURO AMARAL CALDEIRA DE ANDRADA, meu co-orientador, pelo incondicional apoio, pela amizade e pelos bons conselhos.

Ao Prof. Dr. LUIZ NARCISO BARATIERI, que acreditou no meu sonho, pelo exemplo de professor e profissional e pelos conselhos sempre pertinentes, minha admiração e gratidão.

Ao Prof. Dr. LUIZ CLOVIS CARDOSO VIEIRA, pela amizade, pelos ensinamentos e o pelo exemplo de disciplina.

Ao Prof. Dr. SYLVIO MONTEIRO JÚNIOR, pelos exemplos de integridade, amizade, cordialidade, docência e pelos jogos de futebol.

Ao Prof. Dr. ÉLITO ARAÚJO, amigo, professor, pessoa de imenso valor e caráter, pelas sugestões sempre pertinentes.

Ao Prof. Dr. GUILHERME CARPENA LOPES, inestimável amigo e exemplo de professor e pesquisador, pelos conselhos e pelo conhecimento compartilhado durante toda minha formação.

Ao Prof. Dr. HAMILTON PIRES MAIA, pelos ensinamentos, pela amizade e pelas conversas sempre produtivas.

À Prof.^a Dr.^a RENATA GONDO, pelos conselhos, pela amizade e pelo empréstimo do dispositivo para cortes.

À Prof.^a Dr.^a JUSSARA K. BERNADON, pela amizade, pelo companheirismo e pela alegria contagiante.

Ao Prof. Dr. LUIZ FELIPE VALANDRO, pelo pronto aceite na participação da Banca Examinadora e pelas relevantes contribuições ao trabalho.

Aos colegas e amigos de mestrado, ADRIANO, CÁCIO, DAVID, EDUARDO, GRECIANA, por tudo que vivemos juntos. Lutamos muito e venceremos muitos desafios.

Aos colegas do doutorado, NEIMAR, SHEILA, DANIEL, MAX, RENAN, JULIANA, SILVANA, MARCELO, JÚNIO, LUANA, JUAN, pelo excelente convívio e amizade.

À bibliotecária VERA INGRID HOBOLD SOVERNIGO, pelas sugestões e pela atenção especial na revisão do trabalho.

À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA, pela minha formação desde a graduação.

Aos professores RICARDO DE SOUZA MAGINI e GUILHERME CARPENA LOPES, coordenadores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, pela competência administrativa demonstrada.

A todos os PROFESSORES do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, pelo empenho em manter o padrão de excelência do Curso.

À ANA e aos demais funcionários da Coordenadoria de Pós-Graduação, pelo atendimento sempre cordial.

Aos amigos do MEV, MIS, LUCAS, KEYLA e RODRIGO, pelos alegres momentos juntos.

À Empresa 3M ESPE, na pessoa do MARCELO R. AJEJ, pela doação do adesivo e da resina utilizados no estudo.

Aos funcionários das disciplinas de Dentística e Clínica Integrada, Dona LÉA, BRUNO e Dona THALITA, pela ajuda e amizade em todas as horas.

Ao valoroso amigo MARCEL. Obrigado por tudo!

Aos companheiros e amigos de Especialização, pelas risadas e momentos de descontração.

Ao funcionário LAURO, do laboratório de pesquisa, pelo apoio durante a fase experimental.

“Sonhar é importante.
Planejar é necessário.
Realizar, imprescindível.”

Daniel Baptista da Silva

SILVA, Daniel Baptista da. Avaliação da influência da estratégia adesiva sobre a estabilidade de união resina-cerâmica. 2010. 76 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia- opção Dentística) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar a estabilidade da união entre resina e cerâmica. Foram utilizados dois ácidos, fosfórico (H_3PO_4) e fluorídrico (HF), e três silanos, dois contendo monômeros funcionais acídicos, Clearfil Ceramic Primer (CCP) e Porcelain Liner M (PLM), e um convencional, Rely X Ceramic Primer (RLX). Cinco blocos cerâmicos IPS e.max Press medindo 11 mm de comprimento, 9 mm de largura e 4 mm de altura foram confeccionados e polidos com lixas d'água em ordem decrescente de granulação – 220, 360, 600 – sob irrigação, jateados (10 s) com óxido de alumínio (50 μm) sob 42 psi de pressão e limpos em ultrassom com água (10 min.). Na sequência, os blocos foram aleatoriamente divididos em grupos (n=30) e designados para os seguintes tratamentos de superfície: Controle (C) HF+RLX; (G1) HF+PLM; (G2) HF+CCP; (G3) H_3PO_4 +CCP; e (G4) H_3PO_4 +PLM. Sobre a superfície tratada, aplicou-se o adesivo Single Bond 2 (3M ESPE), no grupo C, e Clearfil SE Bond (Kuraray), nos demais. Após, cada bloco recebeu quatro incrementos de 1 mm de resina composta Filtek Z350 (3M ESPE). Os blocos de resina-cerâmica foram seccionados, obtendo-se corpos de prova de aproximadamente 0,8 mm x 0,8 mm de área. Cada grupo foi subdividido de acordo com o armazenamento: subgrupo i – imediato (24 h de armazenamento em saliva artificial); e subgrupo a – envelhecido (3 meses em saliva artificial + 5.000 ciclos de termociclagem – 5 °C/55 °C). Realizaram-se os testes de microtração com velocidade de 0,5 mm/min na máquina de teste universal Instron Machine (3M). Os padrões de fratura foram analisados em Microscópio Eletrônico de Varredura. Os resultados foram analisados pelos testes ANOVA Three-way e Tukey ($p \leq 0,05$). As médias \pm desvio padrão foram: Ci=30,11 \pm 14,57a; Ca=21,71 \pm 7,08a; G1i=28,85 \pm 11,47aA; G1a=25,64 \pm 6,69aA; G2i=36,12 \pm 16,99aA; G2a=22,92 \pm 8,00bA; G3i= 27,28 \pm 9,76aA; G3a=9,83 \pm 3,44bB; G4i=29,72 \pm 14,09aA; e G4a=16,76 \pm 5,52bB. Concluiu-se que o uso da estratégia adesiva com monômeros funcionais acídicos não influenciou a união entre resina e cerâmica, após armazenagem em saliva seguida de termociclagem.

Palavras-chave: Porcelana Dentária. Estabilização. Envelhecimento.

SILVA, Daniel Baptista da. Avaliação da influência da estratégia adesiva sobre a estabilidade de união resina-cerâmica. 2010. 76f. Dissertação (Mestrado em Odontologia- opção Dentística) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the stability of resin-ceramic bond strength. It were utilized two acids: phosphoric (H_3PO_4), and Hydrofluoric (HF), and three silanes, two of them containing acidic functional monomers: Clearfil Ceramic Primer (CCP), and Porcelain Liner M (PLM) and a conventional Rely X Ceramic Primer (RLX). Five IPS e.max Press ceramic blocks measuring 11 mm by 9 mm wide and 4 mm in height were fabricated and polished with sandpaper in order of decreasing granulation 220, 360, 600 under water cooling, etched (10 s) with aluminum oxide (50 μm) under 42 psi of pressure and cleaned in ultrasound with water (10 min.). Further, the blocks were randomly divided into groups (n=30) and assigned to the following surface treatments: control (C) HF + RLX, (G1) HF + PLM (G2) HF + CCP, (G3) H_3PO_4 + CCP, (G4) H_3PO_4 + PLM. On the surface, were applied two adhesives: Single Bond (3M ESPE) in group C, Clearfil SE Bond (Kuraray) in the others. After, each block received four 1mm increments of composite resin Filtek Z350 (3M ESPE). The blocks of resin-ceramic were sectioned, obtaining samples of approximately 0.8 mm x 0.8 mm in size. The groups were subdivided according to aging mode: i - immediate (24 hours storage in artificial saliva) and a - aged (3 months in artificial saliva + 5000 cycles of thermocycling -50 °C/55 °C). The microtensile test was performed with a speed of 0.5 mm / min (n = 15) on the universal testing machine - Instron Machine (3M). The fracture patterns were analyzed by Scanning Electron Microscope. The results were analyzed using Three-way ANOVA and Tukey ($p \leq 0.05$). Mean \pm SD were $Ci=30,11\pm14,57a$; $Ca=21,71\pm7,08a$; $G1i=28,85\pm11,47aA$; $G1a=25,64\pm6,69aA$; $G2i=36,12\pm16,99aA$; $G2a=22,92\pm8,00bA$; $G3i=27,28\pm9,76aA$; $G3a=9,83\pm3,44bB$; $G4i=29,72\pm14,09aA$; $G4a=16,76\pm5,52bB$. It was concluded that the use of adhesive strategy with acidic functional monomers were not able to keep the resin-ceramic bond stability, after storage in saliva, followed by thermal cycling.

Keywords: Dental Porcelain. Stabilization. Aging.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
2 REVISÃO DE LITERATURA	20
3 OBJETIVOS.....	38
3.1 OBJETIVO GERAL.....	38
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
4.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	40
4.2 CONFECÇÃO DOS BLOCOS CERÂMICOS.....	42
4.2.1 Tratamento da Superfície Cerâmica.....	43
4.2.2 Aplicação da Resina.....	44
4.2.3 Obtenção dos Corpos de Prova para Testes de Microtração.....	44
4.2.4 Armazenamento.....	45
4.2.5 Delineamento Experimental.....	45
4.3 TESTES DE RESISTÊNCIA ADESIVA.....	46
4.4 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA.....	46
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	47
5 RESULTADOS.....	49
5.1 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO.....	49
5.1.1 Comparação Geral.....	50
5.1.2 Análise da Condição de Armazenamento.....	51
5.1.3 Análise do Condicionamento Ácido de Superfície.....	52
5.1.4 Análise dos Silanos Utilizados.....	53
5.1.5 Análise da Interação entre as Variáveis Avaliadas.....	54
5.2 ANÁLISE DOS PADRÕES DE FRATURA NO MEV.....	55
6 DISCUSSÃO.....	63
7 CONCLUSÕES.....	69
REFERÊNCIAS.....	71

Introdução

1 INTRODUÇÃO

O aumento da utilização de restaurações totalmente cerâmicas é consequência das melhores propriedades ópticas e da estrutura livre de metal (KITAYAMA et al., 2010). O sucesso clínico dessas restaurações depende de uma efetiva adesão à estrutura dental (EDELHOFF; SPIEKERMANN; YILDIRIM, 2001). A técnica recomendada para a fixação é a cimentação adesiva, visto que propicia melhor retenção, adaptação, selamento marginal e inibição de cáries secundárias, além do potencial de reforço estrutural que proporciona à cerâmica (EDELHOFF; SPIEKERMANN; YILDIRIM, 2001; KITAYAMA et al., 2010).

Apesar do avanço no desenvolvimento dos materiais cerâmicos, fratura ainda é uma das principais causas de fracasso desse tipo de restauração e, como consequência, técnicas capazes de proporcionar estabilidade de união entre resina e cerâmica em procedimentos de fixação e reparo dessas restaurações vêm sendo amplamente investigadas (OZCAN et al., 2009).

Existem evidências que levam à conclusão de que a associação do condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF) (retenção micromecânica) e o agente silano (união química) apresenta melhores resultados quanto à durabilidade e aos valores de resistência adesiva (BAILEY; BENNET, 1988; KUMBULOGLU et al., 2005; PEUMANS et al., 2007; PISANI-PROENÇA et al., 2006; STACEY, 1993). O condicionamento da superfície com ácido HF modifica a estrutura cerâmica, dissolvendo parcialmente a matriz vítrea e proporcionando áreas microrretentivas para a imbricação micromecânica de materiais resinosos (ROULET; SÖDERHOLM; LONGMATE, 1995).

Entretanto, o potencial dano à saúde, devido ao poder corrosivo e à volatilidade desse ácido, tem submetido seu uso a questionamento (HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002). Além disso, o uso desse agente químico vem sendo proibido (CÖMLEKOĞLU et al., 2009; PEUMANS et al., 2007). Tais fatos têm estimulado estudos para eliminar o ácido HF do procedimento adesivo, especialmente em procedimentos intraorais (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; EAMES et al., 1977; HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002; KATO et al., 1996; SHIMADA; YAMAGUCHI; TAGAMI, 2002).

Para contornar esse problema, vários sistemas para cimentação ou reparo empregam silanos contendo monômeros funcionais acídicos, tais como o 4-metacrililoixietil trimetacrilato anidrido (4-META) e o 10-metacrililoixidecilo di-hidrogênio fosfato (10 MDP) em substituição ao ácido HF (OZCAN et al., 2009).

Silanos são moléculas bifuncionais capazes de unir-se às superfícies orgânica (resina) e inorgânica (cerâmica). São disponibilizados, hoje, em 1 frasco (pré-hidrolisados) ou 2 frascos (hidrólise imediata) (MATINLINNA; VALLITTU, 2007). Autores relatam melhor desempenho para silanos pré-hidrolisados, pois as moléculas já estariam ativas para interagir com a superfície cerâmica, formando ligações siloxânicas responsáveis pelos valores de resistência adesiva às cerâmicas com alto conteúdo de sílica (ANAGNOSTOPOULOS; ELIADES; PALAGHIAS, 1993; HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2004). Todavia, outros estudos mostram as vantagens dos silanos com hidrolização imediata, por promoverem maior concentração de monômeros, e não de moléculas oligoméricas, melhorando, dessa forma, os valores de resistência adesiva gerados por esse tipo de agente silano (KATO et al., 1996; MATSUMURA; KATO; ATSUTA, 1997).

A busca por estabilidade da união entre resina e cerâmica por meio de agentes silanos, ainda nos dias atuais, permanece foco de grandes investimentos na Odontologia (CÖMLEKOĞLU et al., 2009). O uso de silanos contendo monômeros funcionais acídicos associados ao jateamento de restaurações cerâmicas com alto conteúdo de óxidos metálicos resulta, segundo a maioria dos estudos, em altos valores de resistência de união entre resina e cerâmica, além de demonstrar resistência ao ataque hidrolítico (LEHMANN; KERN, 2009). A formação de ligações químicas entre os óxidos metálicos presentes na cerâmica e os monômeros funcionais acídicos presentes no silano explicariam tais resultados (CAVALCANTI et al., 2009; KOBAYASHI et al., 2009; YANG; BARLOI; KERN, 2010). O emprego da mesma abordagem clínica (jateamento associado ao ácido fosfórico e ao agente silano com monômeros funcionais) em cerâmicas ricas em sílica com alto conteúdo cristalino traria o potencial benefício de interações químicas entre os metais presentes na porcelana e os monômeros funcionais acídicos presentes no agente silano, resultando, provavelmente, em forte e durável resistência adesiva.

Recentemente introduzida no mercado, a cerâmica IPS Emax Press (Ivoclar Vivadent) tem como uma de suas características, segundo o fabricante, altos valores de resistência à flexão (± 400 MPa). O

fabricante recomenda o uso de ácido HF associado a um agente silano convencional para procedimentos adesivos devido à fase vítrea presente nessa cerâmica. A possibilidade de utilizar silanos contendo monômeros funcionais acídicos, em substituição ao ácido HF, eliminaria riscos e simplificaria o procedimento.

O objetivo do presente estudo é avaliar a estabilidade da união entre resina e cerâmica por meio do teste de microtração. As hipóteses nulas a serem testadas são as seguintes: a) a presença de monômeros funcionais na composição do agente silano não influencia a estabilidade da união entre resina e cerâmica; b) o armazenamento não influencia a estabilidade da união entre resina e cerâmica; e c) o ácido HF não é imprescindível para a estabilidade no longo prazo da união entre resina e cerâmica.

Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA¹

Eames et al. (1977) avaliaram materiais para reparo em cerâmica vítrea. Os materiais testados foram Dent-Mat e Fusion. Os fabricantes de ambos os materiais testados não recomendavam o uso de ácido HF previamente. Todavia, o material Dent-Mat possuía, em sua fórmula, um primer ácido. Os espécimes foram restaurados com resina composta e armazenados em água por 24 h e 7 dias. Realizou-se termociclagem de 12.340 ciclos. Os autores concluem que os materiais testados podem ser utilizados para procedimentos de curto prazo e em emergências.

Culler et al. (1986) avaliaram os fatores que contribuiriam para a obtenção de maior força de união entre resina e cerâmica em diversos materiais para reparo. O estudo demonstrou que o fator mais relevante à obtenção de melhores resultados foi o agente silano. Este age promovendo adesão a diversos materiais inorgânicos. Os autores concluem que os silanos possuem ação otimizada em sua forma hidrolisada.

Bailey e Bennett (1988) avaliaram o efeito do tratamento de superfície em cerâmica vítrea. Os resultados do estudo demonstram que o condicionamento ácido associado ao silano obteve melhores resultados de resistência de união em relação ao condicionamento ácido somente. O modo de aplicação do silano foi fundamental para a obtenção de maior resistência adesiva. O silano tratado com calor foi superior ao modo químico. Após 1 ano de armazenamento em água, não houve diminuição da força de união nos grupos nos quais se associou condicionamento ácido ao silano.

Bailey (1989) avaliou a resistência flexural de porcelana Vita (vítrea) aderida à resina composta. Os espécimes foram formados utilizando-se diferentes *kits* de reparo. Estes também foram testados a seco e hidratados. Os resultados demonstram que os espécimes mantidos a seco obtiveram maiores valores de resistência à flexão. Os autores concluem que é necessária simulação do meio oral (armazenamento e termociclagem) para testes científicos.

A grande disparidade dos valores de adesão à dentina em forças de cisalhamento com mesma metodologia tem levado a erros de

¹ Baseada na NBR 10520:2002, da ABNT.

interpretação. Van Noort et al. (1989) avaliaram, por meio da análise de elemento finito, diversos fatores que poderiam contribuir para a obtenção de resultados com maior confiabilidade, entre eles geometria do espécime, configuração de carga e elasticidade do material. Os autores concluem que as diferentes condições dos testes de cisalhamento afetam a resistência adesiva, inviabilizando, desse modo, a comparação entre eles. Faz-se necessário, portanto, o desenvolvimento de testes que possam distribuir uniformemente as forças geradas durante o ensaio.

Entre os modos de envelhecimento, a termociclagem é um dos mais utilizados na odontologia. Palmer, Barco e Billy (1992) relatam a falta de controle da temperatura durante a realização da termociclagem. Na busca por uma padronização, os autores aferiram, com um termômetro, as temperaturas intraorais de 13 indivíduos enquanto ingeriam bebidas frias e quentes. Os resultados demonstraram que as temperaturas variavam de 0 °C a 67 °C. Por isso, recomendam que temperaturas nessa faixa são apropriadas para a termociclagem de materiais dentários.

Anagnostopoulos, Eliades e Palaghias (1993) avaliaram a eficiência e o modo de ação de três silanos. Foram utilizados dois silanos de frasco único (pré-hidrolisado) e um de dois frascos (hidrólise imediata). Também a composição e o grau de hidrólise desses silanos foram estudados. Os resultados demonstram que não houve diferença na composição dos silanos. Pequenas concentrações de solução ácida foram detectadas nos silanos pré-hidrolisados, que apresentaram maior quantidade de sítios reativos (Silanol Si-OH). A ligação do grupo silanol do silano com a sílica da cerâmica é uma reação química que se realiza por condensação. Os autores concluem que há correlação positiva entre os valores de hidrólise dos grupos silanóis e os maiores valores de resistência adesiva.

Stacey (1993) estudou o tratamento ácido do esmalte e da porcelana na obtenção de valores de resistência adesiva. Os resultados do estudo demonstraram que, quando utilizado o agente silano, houve significativo aumento dos valores adesivos entre resina e cerâmica quando comparados ao condicionamento ácido somente. Os valores para os espécimes silanizados se mantiveram estáveis após termociclagem. O autor conclui que somente o condicionamento ácido da superfície cerâmica não é capaz de manter os valores de resistência de união iniciais.

O tamanho da interface adesiva foi apontado como o grande responsável pelas falhas coesivas abaixo da resistência coesiva da dentina. Desse modo, Sano et al. (1994) realizaram um estudo para

testar a relação entre a área de união e a resistência a tração dos materiais adesivos. Espécimes de dentina foram desgastados na região da interface adesiva com broca diamantada, reduzindo a área e dando a eles a forma de ampulheta. A área de superfície adesiva de cada corpo de prova foi medida antes dos testes. Os resultados demonstraram que a resistência a tração é inversamente proporcional à área de superfície adesiva. Os maiores valores adesivos foram obtidos com área menor que 1 mm^2 . Esse fato se deve a defeitos presentes na interface, em concordância com a “teoria do defeito de Griffith’s”, segundo a qual maiores espécimes possuem maior quantidade de defeitos que espécimes menores. O tamanho reduzido da superfície adesiva produziu falha adesiva em todas as amostras, possibilitando, desse modo, a aferição de maiores valores adesivos sem provocar falhas coesivas nas amostras.

Aida, Hayakawa e Mizukawa (1995) avaliaram a adesão entre resina e cerâmica com cinco diferentes tipos de tratamento de superfície cerâmica. Os tratamentos foram: polimento (lixa de papel granulação 1000); ácido fosfórico após lixa de papel 1000 e lavagem por 10 s; ácido fosfórico após lixa de papel 1000 e banho ultrassônico; ácido fluorídrico (HF) após lixa de papel 1000 e lavagem por 10 s; e ácido HF após lixa de papel 1000 para limpeza com banho ultrassônico. Foram utilizados três silanos: Porcelain Liner M (PLM), Tokuso Ceramic Primer (TCP) e um silano experimental. Os resultados demonstraram não haver aumento na resistência de união quando utilizado ácido HF para os silanos PLM e TCP. Esse fato se deve às soluções ácidas, que facilitaram formações de redes siloxânicas, favorecendo a adesão. Nesse estudo, não houve diferença significativa entre os espécimes com e sem banho ultrassônico. Os autores concluem que a etapa de condicionamento com ácido HF pode ser eliminada, o que reduzirá o tempo clínico e eliminará o perigo de uso desse ácido.

Della Bona e Van Noort (1995) avaliaram a distribuição das forças em testes de cisalhamento e de tração. Foram confeccionados espécimes para teste de cisalhamento e tração com o mesmo tipo de tratamento de superfície cerâmica e mesma resina composta. Os resultados demonstram que o teste mais apropriado para aferir valores adesivos é o teste de tração. No teste de cisalhamento, frequentemente ocorrem falhas no substrato testado, não se aferindo o valor real da interface adesiva. Os autores concluem que o teste de tração possui maior capacidade de medir valores adesivos da interface resina-cerâmica.

A busca pelo método eficaz para se obterem melhores resultados adesivos entre resina e cerâmica inspira e motiva vários estudos. Roulet, Söderholm e Longmate (1995) avaliaram a melhor combinação (retenção mecânica e união química) para se obterem os maiores valores de resistência adesiva entre resina e cerâmica. As variáveis testadas foram diferentes materiais cerâmicos (Dicor, Mirage, Vitabloc) e métodos para obter retenção mecânica: condicionamento com ácido fluorídrico; jateamento e asperização com pontas diamantadas; silanos e formas de aquecimento após silanização (20 °C por 60 s e 100 °C por 60 s); armazenamento em água por 12 meses. Os resultados evidenciaram maiores valores adesivos para o condicionamento ácido da superfície cerâmica associado ao tratamento com silano aquecido a 100 °C. A composição da cerâmica não obteve influência nos valores adesivos entre resina e cerâmica. Os autores concluem, em seu estudo, que a retenção mecânica é fator essencial para obter valores adesivos entre resina e cerâmica estáveis por período de até 1 ano de armazenagem em água.

Kato et al. (1996) avaliaram a resistência ao cisalhamento de diferentes combinações de primers e cimentos resinosos. Utilizaram-se cinco primers e seis cimentos resinosos. Os testes de cisalhamento foram realizados antes e após termociclagem de 20.000 ciclos. Os resultados evidenciam que três primers mantiveram forças de união maiores que 20 MPa (Porcelain Liner M, Clearfil Porcelain Bond e Tokuso Ceramic Primer). Tokuso Ceramic Primer exibiu os maiores valores adesivos do estudo, fato explicado pelo fabricante, por esse primer possuir um monômero carboxílico (MAC10), que ativa o processo de formação de grupos silanóis. Os primers que exibiam forças adesivas duráveis não eram do tipo pré-hidrolisado, mas de dois ou mais componentes. Somente um sistema não apresentou diminuição significativa após termociclagem: Porcelain Liner M, que contém em um frasco o silano e no outro um ácido carboxílico 4-META. Os autores concluem o estudo ressaltando que o uso de combinação adequada entre silano e agente cimentante é necessário para alcançar valores adesivos duráveis.

Söderholm, Mukherjee e Longmate (1996) avaliaram a solubilidade das partículas de carga de compósitos dentais em água e saliva artificial. Confeccionaram-se espécimes que foram armazenados em saliva e água por 1 ano. A cada 30 dias, as soluções eram trocadas. Os resultados demonstraram que houve maior solubilização dos espécimes em saliva que em água, principalmente as cargas à base de

quartzo. Os autores concluem o estudo questionando trabalhos que utilizaram água destilada para envelhecimento.

Matsumura, Kato e Atsuta (1997) avaliaram a estabilidade e a força de união entre resina e cerâmica em conjunto com o modo de ativação do agente silano. Os produtos utilizados no estudo pertenciam ao mesmo fabricante. Os resultados demonstraram que a adesão entre resina e cerâmica é influenciada pelo agente silano e pela termociclagem. Nos espécimes que não foram silanizados, os valores adesivos caíram muito após termociclagem. Os frascos de hidrólise imediata foram mais eficazes. Os autores concluem que apenas 10 MDP não garantem valores adesivos satisfatórios. A união entre resina e cerâmica é influenciada pelo silano, pelo cimento resinoso e pela termociclagem.

Kamada, Yoshida e Atsuta (1998) testaram a resistência ao cisalhamento de quatro cimentos ao sistema cerâmico CEREC 2. Os blocos cerâmicos foram abrasionados com lixa de papel 600 e divididos em quatro grupos de tratamento de superfície: sem tratamento; ácido fosfórico; ácido fosfórico + silano; e somente silano. Foram aplicados os quatro cimentos para cada tratamento de superfície e armazenados em água por 24 h. Realizaram-se 20.000 ciclos para termociclagem. Os resultados demonstraram que o uso de silano proporcionou melhor desempenho adesivo entre resina e cerâmica após estresses térmicos, independentemente do cimento usado. A razão para esse fator estaria no tipo de silano (Clearfil Porcelain Bond, Kuraray), que resistiria a testes térmicos. O uso de ácido fosfórico não aumentou a força de resistência ao cisalhamento, mas aumentou a ocorrência de falhas adesivas nos espécimes. Não foi usado nesse estudo ácido HF por seu potencial perigo. Os autores concluem que, para a obtenção de resistência de união entre resina e cerâmica ao cisalhamento, é necessário que o agente silano seja usado e precedido de ácido fosfórico a 37%.

Barghi, Berry e Cung (2000) avaliaram o efeito do aumento do tempo de aplicação e do tratamento térmico do silano na resistência de união entre resina e cerâmica ao teste de cisalhamento. Foram utilizados três tipos de silano: um de dois frascos (Mirage); dois de um frasco (Silanit e Scotchbond Ceramic Primer); e um silano experimental. O silano de dois frascos recebeu um tratamento com calor a 60 °C por 1 h, além das recomendações do fabricante. Os demais grupos utilizaram as recomendações do fabricante. O tempo de pós-silanização foi avaliado: 3 min (fabricante), 1 h e 1 semana. Após esses períodos, aplicou-se resina composta para teste de cisalhamento. Os resultados demonstraram haver melhora em ambos os tempos pós-silanização para

o grupo que recebeu tratamento térmico e para o grupo experimental. Silanos de dois frascos obtiveram maior uniformidade dos resultados no estudo. Silanos de frasco único, maior variação nos resultados. Os autores concluem que a utilização de calor no silano associada a um maior período de aplicação deste melhora os valores de resistência de união entre resina e cerâmica.

No teste de cisalhamento normalmente ocorrem falhas coesivas nos substratos testados. Esse fato impossibilita a obtenção do valor de resistência de união real inerente à interface adesiva. Della Bona, Anusavice e Shen (2000) avaliaram se a adesão entre resina e cerâmica é influenciada pela composição da cerâmica e pelo tratamento de superfície empregado através de testes de microtração. Esse tipo de teste, segundo os autores e estudos prévios, consegue aferir melhor os valores da interface adesiva por gerar forças mais uniformes. Foram utilizados blocos de cerâmica à base de leucita e à base de dissilicato de lítio. Realizaram-se os seguintes tratamentos de superfície: a) HF; b) Flúor monofosfato acidulado (APF); c) silano (S); d) HF+S; e e) APF+S. Os resultados demonstraram que o tipo de cerâmica e o tratamento de superfície influenciaram os resultados obtidos. O ácido APF não conseguiu bons padrões de condicionamento. O agente silano aumentou os valores de união quando utilizado. As análises das fraturas revelaram predominância de falhas adesivas, validando a metodologia com teste de microtração.

Edelhoff, Spiekermann e Yildirim (2001) relataram que próteses parciais fixas devem ser cimentadas adesivamente devido a suas características de conservação de tecido dental e pelo melhor prognóstico quanto a cáries secundárias e infiltrações. Os autores relatam a necessidade do correto planejamento e cuidado ao implementar essa técnica, pelo fato de haver poucos estudos com os materiais discutidos no estudo.

Hooshmand, Van Noort e Keshvad (2002) avaliaram a possibilidade de melhorar a adesão química a cerâmicas vítreas para eliminar o condicionamento com ácido HF. Foram utilizados diferentes regimes de tratamentos para silanização (banho com água fervente, diferentes tratamentos térmicos, imersão, aplicação com *microbrush*). Utilizou-se tanto o armazenamento em água quanto em água fervente. Efeitos após 3.000 ciclos de termociclagem também foram estudados. Realizaram-se modificações da superfície para a cerâmica: polimento, jateamento com alumina e condicionamento com ácido HF. Os resultados demonstraram que as ligações químicas derivadas do agente silano são eficazes e duráveis e que os valores do condicionamento com

ácido HF são semelhantes aos aferidos com os grupos que utilizaram silanos. Todos os métodos para adquirir uma interface adesiva de menor espessura atingiram melhores resultados adesivos. Pode ser atingida esta característica pelo uso de pincéis para aplicação do silano e lavagem com água fervente. Os autores concluem que é possível eliminar o condicionamento com ácido HF, tendo em vista que na clínica nenhuma superfície é polida e, mesmo assim, os valores de resistência de união encontrados são compatíveis com o condicionamento com ácido da superfície cerâmica.

Perdigão et al. (2002) contribuíram com o desenvolvimento de dispositivos que possibilitam maior agilidade e confiabilidade nos testes de microtração. Dispositivos de Giraldeleli foram descritos nesse estudo. A vantagem desse método em relação ao antigo se deve ao fato de vários espécimes serem assentados para teste, além de melhor posicionar a interface adesiva para correta tração do espécime.

Shimada, Yamaguchi e Tagami (2002) avaliaram o melhor método para otimizar a resistência adesiva entre resina e cerâmica, variando o tratamento de superfície empregado na porcelana (Olympus Glass Ceramic). Foram confeccionadas 60 placas cerâmicas (15x10x1 mm), jateadas com sílica por 30 s e limpas em ultrassom por 60 s. Elas foram alocadas em 6 grupos, nos quais os tratamentos de superfície foram empregados: G1 - sem tratamento algum; G2 - polido com lixas e pastas diamantadas; G3 - aplicação de ácido HF por 5 s; G4 - aplicação de ácido HF por 30 s; G5 - aplicação de H_3PO_4 por 5 s; e G6 - aplicação de H_3PO_4 por 60 s. Subgrupos foram formados de acordo com o primer utilizado, dividindo-se a placa cerâmica em duas metades, em uma das quais se aplica somente o primer Clearfil SE Bond Primer (Kuraray), e, na porção restante, aplicam-se o primer e o silano Clearfil Porcelain Bond Activator (Kuraray). Testes de microcissalhamento foram realizados. Os resultados evidenciaram melhor desempenho adesivo para os subgrupos que utilizaram silano em seus tratamentos de superfície. Já o condicionamento ácido não se mostrou tão relevante quanto ao uso de silano. Os autores concluem que a utilização de silano é fundamental para obter valores adesivos entre resina e cerâmica adequados, e o condicionamento ácido não fornece retenção mecânica melhor que o jateamento com sílica.

Della Bona, Anusavice e Mecholsky (2003) avaliaram o modo de fratura entre resina e cerâmica após teste de microtração. Foram usados blocos à base de leucita e à base de dissilicato de lítio. Realizaram-se os seguintes tratamentos de superfície: a) HF; b) APF; c) S; d) HF+S; e e) APF+S. Os resultados demonstraram que a estrutura

micromorfológica das cerâmicas foi o principal fator com relação à adesão. Todas as falhas aconteceram na interface adesiva. Os autores concluem que a qualidade de adesão não deve ater-se somente a valores numéricos. A análise dos padrões de fratura fornecem informações relevantes à interface adesiva.

Foxton et al. (2003) avaliaram o efeito do pH da superfície cerâmica na resistência de união entre resina e cerâmica. Utilizaram-se dois tipos de silanos: Tokuso Ceramic Primer (com monômero ácido); e um silano experimental (Tokuso Ceramic Primer sem monômero ácido). Confeccionaram-se blocos de cerâmica vítrea, que foram polidos até a granulação 600 de lixa de papel. Após, os blocos foram subdivididos em grupos, conforme o tratamento com ácido e silano empregados. No grupo controle não se utilizaram ácidos. Nos outros grupos foram utilizados dois tipos de ácido: fosfórico (H_3PO_4) a 40%; e fluorídrico (HF) a 20%. Os tempos de condicionamento para ambos foram de 10 s. O experimento dividiu os grupos pelo tempo de lavagem do ácido (o que possibilitaria alteração no pH da superfície): 15 s, 30 s e 60 s. Os resultados demonstraram que a lavagem por menor tempo permite menor pH da superfície cerâmica. Não houve diferença nos valores obtidos quando utilizado ácido HF ou H_3PO_4 . Quando utilizado silano contendo monômero adesivo, a ativação do silano foi suficiente para formar ligações siloxânicas com a superfície cerâmica sem que o pH da superfície tivesse papel fundamental. Já para o silano experimental, é necessária esta superfície cerâmica com menor pH para ativação do silano. Os autores concluem que silanos com monômeros ácidos não são influenciados pelo pH da superfície, bem como pelo tratamento ácido da superfície.

Franco et al. (2003) avaliaram a compatibilidade de dois tipos de adesivos (Prime and Bond e Scotchbond Multi-purpose) com um cimento resinoso dual (Enforce). Confeccionou-se um dispositivo constituído de duas peças, com 1 mm de espessura e 4 mm de diâmetro, com o qual se obtiveram espécimes em forma de ampulheta. Os grupos foram divididos em: G1 - (EN+PB+EN) fotoativado; G2 - (EN+SB+EN) fotoativado; G3 - (EN+PB+SC+EN) fotoativado; G4 - (EN+PB+SC+EN) quimicamente ativado; G5 - (EN+EN) fotoativado; e G6 - (EN+EN) quimicamente ativado. Os resultados demonstraram que nos grupos nos quais foi utilizada a fotoativação não houve incompatibilidade com o cimento resinoso. Os grupos que utilizaram somente polimerização química obtiveram os piores resultados do estudo. Os autores recomendam o uso de materiais do mesmo fabricante

e atenção ao usar adesivos de pH baixo com materiais de polimerização exclusivamente química.

Ozcan e Vallittu (2003) avaliaram os efeitos de tratamentos de superfície em cerâmicas com diferentes constituições. Foram utilizadas cerâmicas com matriz vítrea e com alto conteúdo de óxidos metálicos. Os tratamentos de superfície realizados consistiam de: condicionamento com ácido HF; jateamento com partículas de óxido de alumínio (110 μm); e silicatização. Todas as amostras foram silanizadas e submetidas a testes de cisalhamento. Os resultados demonstraram não existir um tratamento único de superfície cerâmica capaz de prover os melhores resultados adesivos para todos os tipos de cerâmica testados. Cada cerâmica, dependendo de sua constituição, consegue melhores resultados com tratamentos de superfície distintos. Para cerâmica vítrea, o melhor tratamento foi condicionamento com ácido HF e silanização. Esse tipo de procedimento se mostrou menos suscetível a decréscimos nos valores adesivos após termociclagem.

Tay et al. (2003) avaliaram, por meio de testes de resistência a tração e nanoinfiltração, diversos fatores que poderiam contribuir para a incompatibilidade de compósitos química e dualmente ativados com adesivos autocondicionantes de passo único. Usaram-se um adesivo autocondicionante de passo único (Xeno CF Bond) e um compósito dual (Biscore) em dentina hidratada e desidratada. Os grupos testados utilizaram o compósito em modo fotoativado, fotoativação após 20 min, quimicamente ativado e quimicamente ativado com um iniciador químico. Os resultados indicaram que o compósito quimicamente ativado possui os piores valores de adesão e maior incidência de “water trees”. No grupo fotoativado após 20 min em dentina úmida, ocorreu o mesmo fato. Este fato pode ser atribuído à migração de água através do adesivo, o que prejudicaria seu desempenho. Os autores concluem o estudo ressaltando que incompatibilidade química pode prejudicar os resultados adesivos e aumentar a nanoinfiltração.

Della Bona, Shen e Anusavise (2004) avaliaram o trabalho de adesão em cerâmica de dissilicato de lítio, utilizando líquido resinoso em diferentes tipos de tratamentos de superfície cerâmica. O estudo avaliou os ângulos de contatos de maneira dinâmica, em cerâmica polida, sob ataque ácido com HF ou APF, utilizando silano ou não. Foram utilizadas água ou resina como líquido de prova. Os resultados demonstraram que houve maior ângulo de contato, estatisticamente significante, quando foi utilizado silano após o condicionamento ácido, o que pode ser atribuído à espessa camada de silano acima da superfície, que cobre as microrretenções adquiridas pelo condicionamento ácido.

Os autores relataram que, apesar do maior ângulo de contato obtido pelo conjunto ácido HF+silano, este possui maior valor de resistência adesiva, fato que pode ser explicado pela possível polimerização em conjunto com o sistema adesivo. Os autores concluem que o uso de silano faz a energia de superfície diminuir ao aumentar o ângulo de contato com a superfície cerâmica.

Meyer Filho et al. (2004) avaliaram diferentes tratamentos de superfície para cerâmica à base de dissilicato de lítio. Foram utilizados quatro diferentes tratamentos: G1 - condicionamento com ácido HF associado ao silano; G2 - silano; G3 - HF; e G4 - jateamento com partículas de óxido de alumínio. Os resultados imediatos demonstraram que, para G4, ocorreram falhas espontâneas. A melhor combinação foi estabelecida no G1. Porém, os autores referem maior importância ao agente silano, pois em G2 (somente silano) foi obtida menor, mas relevante, adesão ao substrato testado. Foi usado um silano pré-hidrolisado para diminuir variáveis de manipulação. Os autores concluem o estudo ressaltando que o silano é o fator mais relevante ao estabelecer adesão ao substrato cerâmico.

Hooshmand, Van Noort e Keshvad (2004) avaliaram o efeito de armazenagem de silano pré-hidrolisado na resistência de união entre resina e cerâmica. Foram utilizados, após a confecção da solução de silano, os tempos para aplicação na superfície cerâmica: 15 min; 2 h; 24 h; 1 semana; 1 mês; 6 meses e 1 ano. Posteriormente, as soluções de silano foram aplicadas e calor e água quente foram usados antes da união com cimento resinoso. Após testes de tração, os resultados demonstraram que, mesmo armazenada em água fervente por 24 h, a união obtida com silanos permaneceu estável, com certa resistência à degradação hidrolítica. Não houve diferença entre o período de armazenagem das soluções de silano. Os autores concluem que, aplicando-se a técnica correta de silanização, soluções pré-hidrolisadas estariam aptas a ser usadas por um período de até 1 ano em temperatura ambiente.

Shen, Oh e Williams (2004) avaliaram o efeito da aplicação de calor após silanização em cerâmicas à base de sílica. Os autores descreveram as temperaturas usadas para o tratamento de calor do silano como possivelmente prejudiciais à vitalidade pulpar. Com uma temperatura menor, em torno de 45 °C, foram testados quatro tipos de superfície cerâmica: a) polida; b) com jateamento; c) com condicionamento com HF; e d) com jateamento+HF. Foram utilizados dois tratamentos com silano: com calor e sem. Os resultados demonstraram que o aquecimento proposto foi eficaz ao aumentar os

valores adesivos entre resina e cerâmica. A melhor superfície cerâmica descrita pelos autores é a obtida pela combinação jateamento+HF. Os autores concluem ressaltando que o aquecimento proposto aumenta os valores de resistência de união entre resina e cerâmica.

Kumbuloglu et al. (2005) avaliaram o efeito da combinação de cinco marcas comerciais de cimentos na adesão à cerâmica à base de dissilicato de lítio. Foram realizados testes de cisalhamento. Os cimentos testados foram: Panavia 2.1; Panavia F; Variolink 2; RelyX Unicem; e RelyX ARC. Para os cimentos Panavia 2.1, Panavia F e Relyx Unicem, não foi utilizado condicionamento ácido da superfície, mas sim jateamento com óxido de alumínio de 50 µm. Os resultados demonstraram que, para cerâmica à base de sílica, os melhores valores obtidos foram com a combinação HF+SIL+Variolink 2, mesmo após termociclagem. A combinação HF+SIL+RelyX ARC após termociclagem não conseguiu manter os resultados imediatos. Os autores concluem que diferentes sistemas de cimento resinoso levam a diferentes valores adesivos em cerâmica condicionável.

Pisani-Proenca et al. (2006) avaliaram o efeito do tratamento de superfície cerâmica na resistência de união entre resina e cerâmica. Foram testados três cimentos resinosos: Panavia F; Multilink; e Relyx Unicem. Os blocos cerâmicos receberam os seguintes tratamentos de superfície: a) polido; e b) HF+silano. Foram realizados testes após 24 h e termociclagem (5.000 ciclos). Os resultados demonstraram que houve melhora dos resultados de resistência adesiva para todos os cimentos testados quando utilizado o tratamento de superfície (HF+silano). O maior valor obtido foi com o cimento RelyX Unicem associado ao tratamento de superfície. O cimento Panavia F obteve os menores resultados do estudo em ambas as superfícies cerâmicas, fato que pode ser explicado pela polimerização lenta e pela aplicação de elementos ácidos, levando à incompatibilidade. Os autores concluem o estudo ressaltando que o condicionamento com ácido HF associado ao silano eleva os valores adesivos para cerâmica à base de dissilicato de lítio.

Brentel et al. (2007) avaliaram a durabilidade da união entre resina e cerâmica sob diversos tipos de tratamento de superfície. Cerâmica feldspática foi submetida ao condicionamento ácido com dois tipos de ácido (HF e APF). O modelo experimental foi desenvolvido para avaliar a durabilidade do condicionamento ácido sozinho ou com a aplicação de silano. Os resultados demonstraram que, após termociclagem a 12.000 ciclos e 150 dias de armazenamento em água, os grupos silanizados mantiveram seus valores adesivos. Já grupos com somente condicionamento ácido obtiveram falhas espontâneas. O

melhor tratamento, com maiores valores adesivos, foi HF+SIL. O padrão de condicionamento é mais uniforme com este ácido, e os autores ressaltam o cuidado ao lidar com esses tipos de ácido.

Kukiattrakoon e Thammasitboon (2007) avaliaram o tempo de condicionamento com ácido APF para obter padrões de valores adesivos equivalentes aos do condicionamento com ácido HF. O material cerâmico utilizado foi cerâmica à base de leucita. Os autores realizaram testes de cisalhamento nos quais empregavam de 1 min a 10 min de condicionamento com ácido APF. Como grupo controle, utilizou-se condicionamento com ácido HF por 4 min. Após, os grupos foram restaurados com resina composta e submetidos a teste de cisalhamento. Os resultados imediatos demonstraram que houve semelhança nos valores obtidos com o controle nos grupos que utilizaram de 7 min a 10 min de condicionamento com ácido APF. Os autores ressaltam a possibilidade de utilizar um ácido mais brando no condicionamento ácido de porcelanas vítreas.

Matinlinna e Vallittu (2007) realizaram uma revisão de literatura sobre os aspectos clínicos e químicos do uso de silanos na odontologia. O modelo de revisão foi realizado por tópicos. Entre os mais relevantes estão: a) camada produzida por silanização espessa pode causar falhas coesivas e, se for muito fina, falta de recobrimento da superfície cerâmica; b) silanos são usados para aumentar a energia livre de superfície; c) camada multimolecular é mais propensa a hidrólise; d) a utilização do agente silano pode aumentar em até 65 vezes a resistência adesiva; e e) os silanos promovem boa adesão inicial, mas esta se mostra instável ao passar do tempo. Os autores concluem que cerâmicas ricas em sílica devem ser condicionadas por ácido HF.

Peumans et al. (2007) avaliaram o uso de diferentes cimentos resinosos na resistência de união entre resina e cerâmica vítrea sob regime de termociclagem. Foram utilizados quatro cimentos resinosos: Panavia F; Linkmax; Relyx Unicem; e Variolink II. Os cimentos foram utilizados conforme as recomendações do fabricante, mediante as quais somente no cimento Variolink II utilizou-se o condicionamento com ácido HF. O regime de termociclagem usado foi de 10.000, 20.000 e 40.000 ciclos. Os resultados demonstraram que o cimento RelyX Unicem conseguiu resistir somente aos 10.000 ciclos. Já o cimento Variolink resistiu aos 40.000 ciclos, tendo sofrido poucas alterações em seus valores adesivos. A razão estaria na associação HF+silano. Já para o RelyX Unicem, estaria na interação de seu monômero funcional com a superfície da cerâmica. Os autores concluem que os valores adesivos

entre resina e cerâmica são dependentes do tratamento da superfície cerâmica e do cimento resinoso utilizado.

Em Panah, Rezai e Ahmadian (2008), o objetivo do estudo foi avaliar a influência do tratamento da superfície cerâmica à base de dissilicato de lítio Empress II por meio de testes de microcisalhamento. Foram adotados diversos tratamentos de superfície, comparados com o grupo controle, sem tratamento: a) jateamento com óxido de alumínio de 50 µm; b) HF; c) silano; d) jateamento+HF; e e) jateamento+silano. Os blocos foram polidos até lixa de papel 600. Após tratamento, cilindros de resina composta foram posicionados nos blocos a serem testados com 0,8 mm de diâmetro. Os resultados imediatos demonstraram que o jateamento e a silanização conseguiram resultados semelhantes ao condicionamento com ácido HF e silano. Os autores concluem o estudo ressaltando que jateamento anteriormente ao condicionamento com ácido HF ou silano proporcionam os melhores resultados.

Belli et al. (2009) observaram o efeito da limpeza pós-condicionamento ácido em duas cerâmicas vítreas: Empress Esthetic; e Empress II. Os métodos avaliados foram: a) sem limpeza; b) jato de ar-água por 30 s; c) ácido fosfórico por 30 s; d) banho ultrassônico (BU) por 5 min; e e) ácido+BU. Os blocos foram submetidos à aplicação de resina sem carga. Após, cilindros de resina composta com 0,8 mm de diâmetro foram posicionados para teste de microtração. Os resultados demonstraram que, quando os espécimes de ambas as cerâmicas foram submetidos a limpeza com jato de ar-água por 30 s, obtiveram-se resultados sem diferença estatística em comparação com o banho ultrassônico. Os autores concluem que o jato de ar-água por 30 s pode ser realizado para limpeza de ambas as cerâmicas testadas.

Aboushelib et al. (2009) avaliaram o uso de diversos primers para cerâmica infiltrada por zircônia e o grau de ativação deles na resistência de união entre resina e cerâmica. Os blocos foram tratados para obter retenção mecânica, e os primers foram aplicados conforme recomendado. Após, blocos de resina composta envelhecidos foram cimentados com Panavia F2.0 aos blocos cerâmicos tratados. Estes foram cortados, e palitos foram obtidos para testes de microtração. Os testes foram realizados imediatamente e após armazenamento em água por 90 dias. O padrão de ativação dos primers foi aferido por FTIR. Os resultados demonstraram que houve considerável queda para todos os primers testados após armazenamento. O padrão de ativação maior foi encontrado após 1 h da mistura dos componentes. Os autores concluem que a retenção mecânica é fundamental para a manutenção dos valores e

que pesquisa é necessária para desenvolver primers com maior poder hidrofóbico.

Cömlekoğlu et al. (2009) avaliaram o efeito da solução de tetrafluoreto de titânio como alternativa ao condicionamento de superfície com ácido HF de cerâmicas vítreas. Setenta espécimes de *Empress II* foram confeccionados e submetidos aos seguintes tratamentos: Controle - 4,9% HF 20 s; G1 - 2,5% TiF_4 60 s; G2 - 2,5% TiF_4 120 s; G3 - 5% TiF_4 60 s; e G4 - 5% TiF_4 120S). Os resultados encontrados no estudo demonstraram que a solução de TiF_4 pode substituir o ácido HF no condicionamento de superfície cerâmica. Os valores de adesão ao cisalhamento do grupo G1 foram semelhantes aos do controle. Isso pode ser explicado pela deposição de TiO na superfície da cerâmica, que remove o oxigênio livre e, assim, melhora a polimerização do cimento resinoso. Os autores concluem o estudo ressaltando que o uso de solução de tetrafluoreto de titânio em concentração de 2,5 por 60 s pode ser uma alternativa ao tratamento de superfície cerâmica vítrea com ácido HF.

Lehmann e Kern (2009) avaliaram a durabilidade da resistência de união à tração de cimento resinoso à cerâmica com óxido de zircônio utilizando diferentes primers. Foram utilizados discos de cerâmica à base de zircônia, submetidos a diferentes procedimentos: NO (Multilink Automix sem primer); MZ (Multilink Automix com Metal/Zirconia Primer); MP (Multilink Automix utilizado após aplicação de Alloy Primer); e PF (Panavia F sem Primer). Os resultados imediatos demonstraram que, quando se utiliza o primer, aumentam-se os valores de resistência adesiva. Espécimes sem o tratamento com os primers tiveram falha adesiva espontânea após envelhecimento. Os autores concluem o estudo ressaltando que ambos os primers testados aumentam a resistência adesiva à cerâmica com óxido de zircônia, tendo a aplicação de 10 MDP, em separado ou em conjunto com o agente cimentante, aumentado os valores adesivos mesmo após armazenamento em água por 150 dias com 37.500 ciclos de termociclagem.

Cavalcanti et al. (2009) avaliaram diferentes tratamentos de superfície e primers metálicos na adesão entre resina e cerâmica em cerâmica à base de zircônia. Foram adotados dois tratamentos de superfície, comparados com o grupo controle, sem tratamento: a) jateamento com óxido de alumínio; e b) laser Er-YAG. Os primers utilizados foram: a) nenhum; b) Alloy Primer; c) Metal Primer II; e d) Metallite. Foram utilizados dois cimentos: Panavia 2.0; e Calibra. Os resultados imediatos por testes de microcisalhamento demonstraram que houve melhora nos valores adesivos que associaram jateamento com

primers contendo MDP. O laser provocou rachaduras e não foi eficiente na produção de retenção mecânica. O cimento à base de Bis-GMA obteve melhores resultados que o cimento à base de MDP. Os autores concluem que podem ser obtidos bons resultados imediatos de adesão à cerâmica não condicionável mediante jateamento associado a primers contendo MDP.

Kobayashi et al. (2009) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície cerâmica com oito primers na resistência de união entre resina e cerâmica (zircônia). Foram utilizados resina composta indireta e oito primers contendo monômeros funcionais. Os resultados demonstraram melhora nos valores adesivos para primers contendo MDP associado ao adesivo de alta fluidez. Os autores concluem que primers à base de MDP promovem bons resultados adesivos imediatos à cerâmica (zircônia).

Ozcan et al. (2009) avaliaram o efeito de três kits de reparo para cerâmica feldspática reforçada por alumina. Os sistemas de reparo consistiam de: a) condicionamento com ácido HF+silano+adesivo; b) silicatização+silano; e c) utilização de primers com monômeros funcionais (MDP). Após tratamento de superfície, os blocos foram restaurados com resina composta e seccionados para testes de microtração. Os palitos foram aleatoriamente sujeitos a dois tipos de armazenamento: seco; e 150 dias em água e 12.000 ciclos de termociclagem. Os resultados demonstraram que a silicatização foi o sistema que melhor manteve seus valores após ação hidrolítica. Os autores concluem o estudo ressaltando que o sistema que utiliza silicatização e silanização mantém melhores resultados após a ação hidrolítica do armazenamento.

Saavedra et al. (2009) avaliaram o efeito do uso de neutralização do ácido HF em cerâmica vítrea nos valores adesivos por testes de microtração. Confeccionaram-se inlays cerâmicos e cimentados com neutralização do ácido HF ou não. Os resultados demonstraram que, ao se neutralizar o ácido HF, forma-se um sal que impede a penetração dos componentes resinosos, prejudicando os valores de adesão. Os autores recomendam a limpeza com banho ultrassônico após o uso de neutralização, que seria dispensável.

Torres et al. (2009) avaliaram os valores de adesão de diferentes tipos de tratamento de superfície em quatro sistemas cerâmicos. Foram confeccionados 12 blocos das quatro cerâmicas utilizadas no estudo, que foram divididos em três grupos: controle, sem tratamento; tratamentos de superfície com HF+silano; e tratamentos de superfície com jateamento+silano. Os resultados evidenciaram que o jateamento

auxiliou o aumento dos valores de adesão para todos os sistemas cerâmicos testados. Isso se deve à confecção de microrretenções mecânicas na superfície cerâmica. O uso de condicionamento com ácido HF em cerâmicas com alto conteúdo de óxidos metálicos prejudicou os valores de resistência adesiva ao cisalhamento. Os autores concluem o estudo ressaltando que o jateamento com partículas menores (50 µm) auxiliou na obtenção de maiores valores de resistência adesiva ao cisalhamento. Monômeros adesivos fosfatados são capazes de gerar, junto ao jateamento com óxido de alumínio em sistemas com alto conteúdo de óxidos metálicos, valores semelhantes aos encontrados em cerâmicas vítreas tratadas com ácido HF.

Yesil et al. (2009) avaliaram o efeito de diferentes adesivos em diferentes substratos. Os substratos testados foram porcelana, metal-porcelana e metal. Os adesivos testados: Ceramics Microbon; Clearfil; Single Bond; e Prompt L pomp. Os blocos com diferentes superfícies foram jateados e limpos em banho ultrassônico. Os resultados após 200 ciclos de termociclagem e 7 dias em água demonstraram que o adesivo Clearfil obteve os melhores resultados quando o substrato metálico estava presente, fato que se deve a monômeros funcionais na composição do produto. Os autores concluem que, para cada tipo de substrato, existem diferenças a serem consideradas na escolha do adesivo.

Fabianelli et al. (2010) avaliaram o efeito do tratamento de superfície na resistência de união entre resina e cerâmica. Os autores testaram os seguintes tratamentos de superfície em cerâmica feldspática reforçada por leucita: a) HF+S; b) silano; c) HF+SIL (ar aquecido); e d) SIL (ar aquecido). A temperatura do aquecimento era de 100 °C. Testes de microtração foram realizados e demonstraram que somente o uso de silano com tratamento de calor atinge resultados semelhantes com o grupo que utilizou, adicionalmente ao silano, condicionamento com ácido HF. Os autores concluem que o tratamento de calor no silano pode evitar o uso do ácido HF e até ser usado em procedimentos de reparo.

Kitayama et al. (2010) avaliaram a influência do uso de monômeros funcionais em cerâmica vítrea e à base de zircônia. Os blocos foram polidos e jateados com óxido de alumínio. Após, foram alocados conforme conjunto de primer e agente cimentante do mesmo fabricante: a) Bistite II/Tokuso Ceramic Primer (BII/TCP); b) Linkmax/GC Ceramic Primer (LM/GCP); c) RelyX ARC/RelyX Ceramic Primer (RX/RCP); d) Panavia F 2.0/Clearfil Ceramic Primer (PF/CCP); e e) Resicem/Shofu Porcelain Primer (RS/SPP) ou AZ Primer (RS/AZP). Para os resultados em cerâmica vítrea, o AZ Primer

não foi capaz de realizar boa adesão a esse substrato, fato que se deve a este não possuir silano em sua composição, mas apenas monômero funcional. A combinação com os piores resultados foi RelyX ARC/RelyX Ceramic Primer. Como controle, foram utilizados somente os agentes cimentantes. A utilização de primers auxiliou a obtenção de maiores valores de resistência de união. Já para o sistema cerâmico, quando utilizados monômeros adesivos, houve melhora nos valores adesivos. O cimento Panavia 2.0 sem primer, apesar de menor valor, apresentou falhas coesivas no cimento, demonstrando efetiva união ao substrato. Não foi realizado armazenamento nesse estudo. Os autores concluem que os monômeros funcionais são eficazes por aumentar valores adesivos para cerâmica vítrea e à base de zircônia.

Yang, Barloi e Kern (2010) avaliaram a influência do jateamento de partículas de alumínio (pressão 0,25 MPa ou 0,05 MPa) na resistência adesiva de cerâmica à base de zircônia utilizando primers com monômeros adesivos. Foram utilizados os seguintes primers: Metal/Zirconia Primer; Alloy Primer; e Clearfil Ceramic Primer. Demonstrou-se que, quando não utilizado jateamento, os resultados adesivos não foram mantidos após armazenamento. Já, quando utilizados primers adesivos contendo 10 MDP, pode ser utilizado jateamento com menor pressão (0,05 MPa). Quando utilizado outro primer, Metal/Zirconia Primer, o jateamento com maior pressão demonstrou melhores resultados em longo prazo. Os autores concluem seu estudo ressaltando o uso do jateamento para a obtenção de resultados estáveis em longo prazo em cerâmicas à base de zircônia.

Objetivos

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a estabilidade da resistência de união entre resina e cerâmica.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Avaliar a influência de monômeros funcionais acídicos sobre a estabilidade da união entre resina e cerâmica;
- b) avaliar a influência da simulação do meio oral na estabilidade da união entre resina e cerâmica; e
- c) analisar o padrão de fratura encontrado nos espécimes amostrais.

Materiais e Métodos

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

O material cerâmico selecionado para este estudo (Quadro 1) foi uma cerâmica vítrea prensada, com fase cristalina principal composta de cristais de dissilicato de lítio e com base de nanofluorapatita IPS e-max Press (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Uma das formas de apresentação dessa cerâmica é pastilha. Para a cimentação adesiva, o fabricante do IPS e-max Press recomenda tratamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico e agente silano. As composições do ácido, do adesivo, dos silanos e da resina utilizados no estudo encontram-se no Quadro 2. A unidade fotopolimerizadora utilizada foi a Curing Light 2500 (3M ESPE), com intensidade de luz de 550 mW/cm², verificada com radiômetro (Spring Health, Gnatus).

Quadro 1 – Material utilizado para a confecção dos blocos de cerâmica.

Material	Nome comercial	Fabricante
Cerâmica	IPS e-max Press	Ivoclar Vivadent

Quadro 2 – Materiais utilizados para a adesão e confecção dos espécimes.

Produto	Fabricante	Lote	Composição
Condicionador Dental Gel a 37%	Dentsply	L003860 A	H ₃ PO ₄ a 37%
Condicionador de Porcelanas a 10%	Dentsply	L039248 A	HF a 10%
IPS e-max Press	Ivoclar Vivadent	M26686	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, MgO, ZnO, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ e outros óxidos metálicos
Porcelain Liner M	Sun Medical	TE1	5% 4- metacriloiloxietil trimetacrilato anidrido (4-META) MMA (líquido A) 4% TMSPMA MMA (líquido B)
Clearfil Ceramic Primer	Kuraray	00009B	3-metacriloilpropil trimetoxi silano 10- metacriloiloxidecil di-hidrogênio fostato (10 MDP) Etanol
Rely X Ceramic Primer	3M ESPE	8YX	□Y -MPS e etanol

Single Bond 2	3M ESPE	9WP	Bis-GMA, HEMA, diuretano dimetacrilato, copolímero do ácido polialcenoico, canforoquinona, água, etanol e glicerol 1.3 dimetacrilato, 10% em peso de nanopartículas de sílica (5 nm)
Clearfil SE Bond	Kuraray	01230A	Primer: MDP, HEMA, dimetacrilato, água e fotoiniciador Bond: MDP, HEMA, dimetacrilato, micropartículas e fotoiniciador
Filtek Z350	3M ESPE	8FU	BIS-GMA, BIS-EMA (6), UDMA com pequenas quantidades de TEGDMA

4.2 CONFEÇÃO DOS BLOCOS CERÂMICOS

Cinco blocos, medindo 11 mm de comprimento por 9 mm de largura e 4 mm de altura, foram confeccionados em cera para fundição, incluídos em revestimento (IPS e-max), e a cerâmica IPS e-max Press foi infiltrada sob pressão no forno especial EP 500. Os blocos cerâmicos obtidos foram jateados com óxido de alumínio para remoção do revestimento.

4.2.1 Tratamento da Superfície Cerâmica

Para padronização, uma superfície de cada bloco cerâmico foi polida, sob refrigeração, em uma politriz (Panambra, SP, Brasil), com lixas d'água (Acqua Flex-Norton, SP, Brasil) em ordem decrescente de granulação – 220, 360, 600 –, lavada em água corrente e seca com jato de ar comprimido. Na sequência, a superfície foi jateada por 15 s com óxido de alumínio de 50 µm a 10 mm de distância (Knebel Produtos Dentários, RS, Brasil), com um microjateador (Microetcher, Danville Engineering, Danville, CA, EUA), e limpa por ultrassom (Ultrasonic Cleaner 1440D, Odontobras, SP, Brasil), com água destilada por 10 min. Os blocos foram então divididos em 5 grupos, e a superfície jateada de cada bloco recebeu, aleatoriamente, um dos seguintes tratamentos de superfície:

- a) Controle (RLX+HF) - Condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (3M ESPE) durante 20 s, lavagem com jato ar-água por 30 s, secagem com ar por 30 s, seguida da aplicação de silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE). Deixou-se o silano evaporar por 3 min e, após esse período, procedeu-se a nova secagem de ar por 30 s;
- b) G1 (PLM+HF) - Condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (3M ESPE) durante 20 s, lavagem com jato ar-água por 30 s, secagem com ar por 30 s, seguida da aplicação de silano Porcelain Liner M (Sun Medical). Deixou-se o silano evaporar por 3 min e, após esse período, procedeu-se a nova secagem de ar por 30 s;
- c) G2 (CCP+HF) - Condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (Dentsply) durante 20 s, lavagem com jato ar-água por 30 s, secagem com ar por 30 s, seguida da aplicação de silano Clearfil Ceramic Primer (Kuraray). Deixou-se o silano evaporar por 3 min e, após esse período, procedeu-se a nova secagem de ar por 30 s;
- d) G3 (CCP+H₃PO₄) - Condicionamento com ácido fosfórico a 35% (Dentsply) durante 15 s, lavagem com jato ar-água por 30 s, secagem com ar por 30 s, seguida da aplicação de silano Clearfil Ceramic Primer (Kuraray). Deixou-se o silano evaporar por 3 min e, após esse período, procedeu-se a nova secagem com jatos de ar por 30 s;
- e) G4 (PLM+H₃PO₄) - Condicionamento com ácido fosfórico a 35% (Dentsply) durante 15 s, lavagem com jato ar-água por

30 s, secagem com ar por 30 s, seguida da aplicação de silano Porcelain Liner M (Sun Medical). Deixou-se o silano evaporar por 3 min e, após esse período, procedeu-se a nova secagem com jatos de ar por 30 s.

4.2.2 Aplicação da Resina

O adesivo Clearfil SE Bond (Kuraray) foi aplicado sobre as superfícies cerâmicas preparadas para a adesão e fotopolimerizado por 10 s em cada bloco cerâmico. Somente no grupo controle foi utilizado o adesivo Single Bond 2 (3M ESPE), aplicado em duas camadas consecutivas e fotoativado por 10 s. Após, a resina Filtek Z350 foi inserida com o auxílio de uma espátula para resina composta, em quatro incrementos de aproximadamente 1 mm, tendo sido cada incremento polimerizado durante 40 s, com intensidade de luz de 550 mW/cm^2 . Discos abrasivos (Sof-Lex Pop-On, 3M ESPE) foram utilizados sequencialmente para acabamento e polimento das margens dos blocos confeccionados.

4.2.3 Obtenção dos Corpos de Prova para Testes de Microtração

Cada bloco resina-cerâmica foi posicionado em uma máquina de corte de baixa velocidade Isomet 1000 (Buehler, Lake Korest, IL, EUA), regulada para produzir cortes à distância de 1,1 mm um do outro com um disco de diamante (modelo 650, South Bay Technology, San Clemente, CA, EUA), refrigerado a água. Os blocos foram cortados no sentido cerâmica-resina e, descontada a espessura do disco, resultaram 8 fatias de aproximadamente 0,8 mm de espessura. O bloco fatiado foi, na sequência, girado em 90° e novamente seccionado, perpendicularmente ao primeiro corte, para produzir espécimes com forma de filetes medindo aproximadamente 0,8 mm por 0,8 mm de área em suas secções transversais, que permaneceram presos à base. Os filetes foram subsequentemente removidos de sua base com uma espátula, obtendo-se, dessa forma, aproximadamente 80 espécimes por bloco. Desses 80 espécimes, aproximadamente 60 foram pré-selecionados de acordo com as dimensões estabelecidas para o estudo, tendo em vista que,

normalmente, a maioria dos espécimes da periferia do bloco resina-cerâmica não possuíam a dimensão estabelecida para o estudo.

4.2.4 Armazenamento

Os 60 palitos em cada grupo foram armazenados em saliva artificial e, na sequência, 30 palitos foram selecionados aleatoriamente para compor os corpos de prova de cada grupo experimental. Antes de serem submetidos aos testes de resistência adesiva a microtração, os grupos (n=30) foram subdivididos em 2 subgrupos (n=15): imediato - i (saliva artificial a 37 °C por 24 h); e envelhecido - a (3 meses em saliva artificial a 37 °C mais termociclagem de 5.000 ciclos a 5 °C-55 °C). A cada 30 dias, a solução de saliva foi trocada.

A solução de saliva artificial utilizada teve a seguinte composição: K_2HPO_4 (4,35 g/L), Na_2HPO_4 (3,4 g/L), $KHCO_3$ (15,01 g/L), NaCl (5,85 g/L), $MgCl_2$ (0,14 g/L), além de 0,002 g/L de ácido cítrico e de 0,16 g/L de cloreto de cálcio (SÖDERHOLM; MUKHERJEE; LONGMATE, 1996). O pH foi ajustado em 6,7 com NaOH. Para evitar o desenvolvimento de bactérias, adicionou-se 0,005% por peso de timol.

4.2.5 Delineamento Experimental

Os grupos experimentais estão ilustrados no Quadro 3.

Quadro 3 – Disposição dos grupos experimentais

Grupos (Tratamentos de Superfície)		Subgrupos (Armazenamento)	
		i (Imediato)	a (Envelhecido)
Controle (HF+RLX)	N=30	N=15	N=15
G1 (HF+PLM)	N=30	N=15	N=15
G2 (HF+CCP)	N=30	N=15	N=15
G3 (H_3PO_4 +CCP)	N=30	N=15	N=15
G4 (H_3PO_4 +PLM)	N=30	N=15	N=15

4.3 TESTES DE RESISTÊNCIA ADESIVA

Após realizado o armazenamento proposto, os 15 corpos de prova de cada subgrupo foram colados com adesivo à base de cianocrilato de polimerização rápida (Loctite Super Bond, Henkel) o mais paralelo possível – para evitar forças de torção – a um dispositivo especial para microtração (Dispositivo de Geraldeli) (PERDIGÃO et al., 2002). Na sequência, os espécimes foram, um por vez, submetidos aos testes de microtração, realizados com a máquina de testes universal Instron Universal Machine (3M), com velocidade de 0,5 mm/min. A força de ruptura foi aferida em Newtons (N) e, após ter sido dividida pela área da secção transversal de união, foi expressa em Megapascal (MPa).

4.4 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA

Para a análise do tipo de fratura, os corpos de prova foram colados com o adesivo Super Bond a uma placa de acrílico, na qual a face fraturada ficou voltada para cima e, na sequência, recobertos com ouro-paládio (Bal-Tec SCD005, Liechtenstein) e observados no MEV (Philips XL-30, Philips Eletric Corp. Eindhoven, Holanda) (Quadro 4).

Quadro 4 – Tipo de fratura.

Tipo de Fratura	Observação no MEV
Adesiva (AD)	Falha na interface adesiva
Coesiva Cerâmica (CC)	Falha no substrato cerâmico
Coesiva Resina (CR)	Falha no substrato resina composta
Mista (AD,CC,CR)	Duas ou mais falhas presentes

4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística descritiva dos grupos foi realizada considerando-se os resultados do teste de resistência de união ao teste de microtração. Inicialmente, os dados foram submetidos ao teste de Kolmogorov-Smirnov para verificar se a distribuição dos dados ocorria de forma semelhante. Verificada a normalidade na distribuição logarítmica dos dados ($P=0,200$), as possíveis diferenças estatísticas entre os grupos estudados foram analisadas através da Análise de Variância com três fatores (ANOVA *Three-way*) e teste de Tukey. Consideraram-se significativos os valores de $p \leq 0,05$, ou seja, nível de significância de no mínimo 5%.

Realizou-se essa análise com o auxílio dos programas Microsoft Excel 2007 (Microsoft Office System 2007) e SPSS 17 (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA).

Resultados

5 RESULTADOS

5.1 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

As médias e os resultados da estatística descritiva do teste de resistência de união por microtração da cerâmica à resina composta estão dispostos na Tabela 1.

Tabela 1 – Estatística descritiva da resistência de união da cerâmica

Grupo	N	Médias	DP	EP	CE	Mínimo	Máximo
C (HF+RLX) i	15	30,11	14,57	3,76	12%	7,74	54,24
G1 (HF+PLM) i	15	28,85	11,47	2,96	10%	12,20	48,49
G2 (HF+CCP) i	15	36,12	16,99	4,39	12%	10,82	64,91
G3 (H₃PO₄+CCP) i	15	27,28	9,76	2,52	9%	8,87	46,68
G4 (H₃PO₄+PLM) i	15	29,72	14,09	3,64	12%	8,23	61,72
C (HF+RLX) a	15	21,71	7,08	1,83	8%	12,87	33,87
G1 (HF+PLM) a	15	25,64	6,69	1,73	7%	15,71	35,69
G2 (HF+CCP) a	15	22,92	8,00	2,06	9%	13,83	40,87
G3 (H₃PO₄+CCP) a	15	9,83	3,44	0,89	9%	4,66	18,45
G4 (H₃PO₄+PLM) a	15	16,76	5,52	1,43	9%	9,20	29,39

Número de amostras (N), média dos valores, desvio padrão (DP), erro padrão (EP), coeficiente do erro (CE), valores mínimo e máximo.

O Gráfico 1 ilustra os resultados apresentados na Tabela 1.

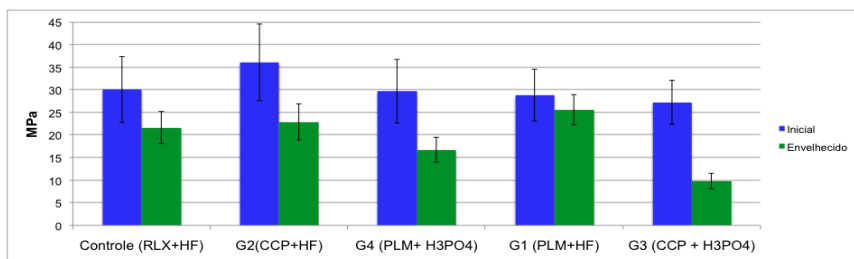


Gráfico 1 – Representação gráfica em barras verticais para as médias, em MPa, e desvios padrão de todos os grupos avaliados no estudo.

5.1.1 Comparação Geral

A Tabela 2 apresenta o resultado do teste ANOVA *Three-way* para a comparação entre os ácidos, os silanos, a condição de armazenamento e a interação entre eles.

Tabela 2 – Análise de variância *Three-way* dos valores da resistência de união entre cerâmica e resina (em MPa), e respectivos níveis de probabilidade pelo teste F (p-valor).

Variáveis avaliadas	S.Q.	G.L.	Q.M.	F	p-valor
Armazenamento	4.656,433	1	4.656,433	41,297	<0,001
Ácido	1.681,910	1	1.681,910	14,916	<0,001
Silano	166,331	2	83,165	0,738	0,480
Armazenamento x Ácido	367,719	1	367,719	3,261	0,073
Armazenamento x Silano	393,081	2	196,541	1,743	0,179
Ácido x Silano	362,236	1	362,236	3,213	0,075
Interação (Armazenamento x Ácido x Silano)	56,956	1	56,956	0,505	0,478
Resíduo	15.785,699	140	112,755		

A tabela apresenta as somas de quadrados (S.Q.), os graus de liberdade (G.L.), os quadrados médios (Q.M.), os valores de F e os valores probabilísticos obtidos (p-valor).

A Análise de Variância (ANOVA) mostrou que não há correlação significativa entre os tipos de ácidos, os silanos e o regime de armazenamento ($p=0,478$), ou seja, não há interação entre as três variáveis avaliadas. Além disso, a análise de variância indicou que não há diferença estatisticamente significativa na comparação dos três tipos de silano ($p=0,480$), porém há diferença estatística na comparação entre os tipos de condicionamento ácido empregados ($p<0,001$) e entre as amostras do subgrupo imediato e do subgrupo envelhecido ($p<0,001$). Como não há interação significativa entre as variáveis testadas, elas podem ser avaliadas individualmente.

5.1.2 Análise da Condição de Armazenamento

A Tabela 3 apresenta a comparação entre os subgrupos, independentemente do silano ou do ácido utilizado.

Tabela 3 – Tamanho da amostra (N), médias com os respectivos resultados estatísticos, desvios padrão (DP), erros padrão (EP), coeficientes do erro (CE), valores mínimo e máximo obtidos da resistência de união para os momentos avaliados.

Subgrupo	N	Médias	DP	EP	CE	Mínimo	Máximo
Imediato	75	30,42a	13,58	1,57	5,2%	7,74	64,91
Envelhecido	75	19,37b	8,33	0,96	5,0%	4,66	40,87

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si.

Existe diferença estatística ($p < 0,05$) entre o momento imediato e o armazenado, ou seja, houve redução nos valores de resistência de união média dos grupos envelhecidos quando comparados com as médias iniciais. Esses resultados podem ser mais bem evidenciados através do Gráfico 2.

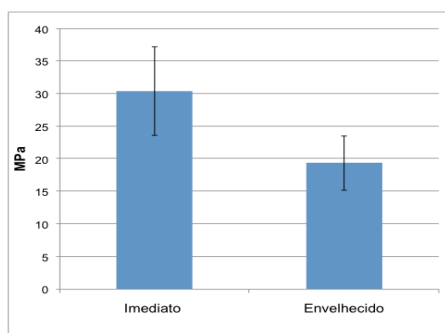


Gráfico 2 – Representação gráfica em barras verticais para as médias, em MPa, e desvios padrão obtidos nos dois momentos avaliados.

5.1.3 Análise do Condicionamento Ácido de Superfície

A Tabela 4 apresenta a comparação entre os dois tipos do condicionamento ácido avaliados neste estudo, independentemente do silano utilizado ou do momento avaliado.

Tabela 4 – Tamanho da amostra (N), médias com os respectivos resultados estatísticos, desvios padrão (DP), erro padrão (EP), coeficiente do erro (CE), valores mínimo e máximo obtidos da resistência de união para os condicionadores de superfície.

Ácidos	N	Médias	DP	EP	CE	Mínimo	Máximo
HF	90	27,56a	12,18	1,28	4,6%	7,74	64,91
H ₃ PO ₄	60	20,90b	12,05	1,56	7,4%	4,66	61,72

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si.

Pelos resultados apresentados na Tabela 4, é possível concluir que existe diferença estatística significativa ($p < 0,05$) entre os dois tipos de ácido empregados para o condicionamento de superfície, ou seja, os grupos em que foi utilizado o ácido HF apresentaram resistência de união média superior aos grupos tratados com o ácido H₃PO₄. Esses resultados podem ser mais bem observados no Gráfico 3.

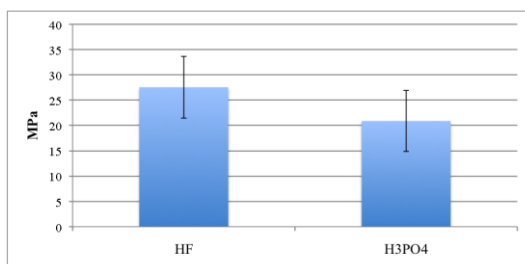


Gráfico 3 – Representação gráfica em barras verticais para as médias, em MPa, e desvios padrão obtidos dos dois condicionadores de superfície utilizados neste estudo.

5.1.4 Análise dos Silanos Utilizados

A Tabela 5 apresenta a comparação entre os três silanos avaliados neste estudo, independentemente do ácido utilizado ou do momento avaliado.

Tabela 5 – Tamanho da amostra (N), médias com os respectivos resultados estatísticos, desvios padrão (DP), erros padrão (EP), coeficientes do erro (CE), valores mínimo e máximo obtidos da resistência de união para os silanos avaliados.

Silanos	N	Médias	DP	EP	CE	Mínimo	Máximo
RelyX Ceramic Primer	30	25,91a	12,04	2,19	8,5%	7,74	54,23
Clearfil Ceramic Primer	60	24,03a	14,16	1,82	7,6%	4,66	61,91
Porcelain Liner M	60	25,24a	11,08	1,43	5,7%	8,22	61,72

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si.

Pelos resultados apresentados na Tabela 5, é possível concluir que não existe diferença estatística ($p < 0,05$) entre os silanos utilizados neste estudo. Esses resultados podem ser mais bem evidenciados no Gráfico 4.

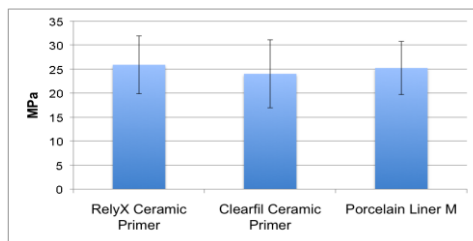


Gráfico 4 – Representação gráfica em barras verticais para as médias, em MPa, e desvios padrão obtidos dos dois condicionadores de superfície utilizados neste estudo.

5.1.5 Análise da Interação entre as Variáveis Avaliadas

A Tabela 6 apresenta os resultados de todos os grupos avaliados e a análise estatística, sem levar em consideração a interação entre as variáveis.

Tabela 6 – Médias das combinações entre a condição de armazenamento, os ácidos e os silanos, em MPa, obtidas através da força de união e significância estatística pelo teste de Tukey.

GRUPOS	SUBGRUPOS	
	Inicial (i)	Envelhecido (a)
C (HF+RLX)	30,11±14,57aA	21,71±7,08aA
G1 (HF+PLM)	28,85±11,47aA	25,64±6,69aA
G2 (HF+CCP)	36,12±16,99aA	22,92±8,00bA
G3 (H₃PO₄+CCP)	27,28±9,76aA	9,83±3,44bB
G4(H₃PO₄+PLM)	29,72±14,09aA	16,76±5,52bB

Médias seguidas por letras minúsculas iguais, nas linhas, não diferem entre si.

Médias seguidas por letras maiúsculas iguais, nas colunas (para cada silano utilizado), não diferem entre si.

Na Tabela 6, primeiramente, realizaram-se comparações das médias das condições de armazenamento avaliadas, inicial e envelhecido. Nota-se, através das letras minúsculas, que há diferença estatística entre os dois grupos restaurados com o silano Clearfil Ceramic Primer, independentemente do tipo de ácido utilizado. Além disso, houve diferença estatística entre os grupos inicial e envelhecido restaurados com o silano Porcelain Liner M e o ácido H₃PO₄.

Observa-se, através das letras maiúsculas, que existe diferença estatística entre os ácidos utilizados, independentemente do silano (Clearfil Ceramic Primer ou Porcelain Liner M), nas amostras envelhecidas. Isso ocorreu devido à diminuição das médias de

resistência ao teste de microtração dos grupos restaurados em que se utilizou o ácido H_3PO_4 .

Nota-se, ainda, que não foi apresentado o resultado do teste para a comparação entre os tipos de silano, pois, como já foi relatado na Tabela 2, não há diferença estatística entre eles, independentemente da combinação entre os momentos (inicial ou envelhecido) e dos ácidos utilizados (HF ou H_3PO_4).

Os resultados da Tabela 6 podem ser mais bem evidenciados no Gráfico 5.

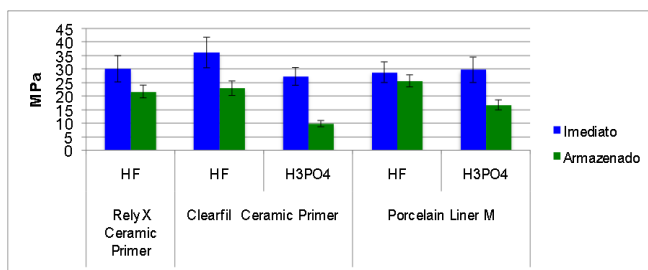


Gráfico 5 – Representação gráfica em barras verticais para as médias, em MPa, e desvios padrão obtidos pela interação das três variáveis estudadas.

5.2 ANÁLISE DOS PADRÕES DE FRATURA NO MEV

Todos os corpos de prova fraturados no teste de resistência de união por microtração foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura para determinar o tipo de fratura. A Tabela 7 e o Gráfico 6 mostram os resultados dos padrões de fratura de todos os grupos avaliados neste estudo.

Tabela 7 – Resultados dos padrões de fratura de todos os grupos avaliados.

GRUPOS	FALHAS			
	Coesiva Cerâmica	Coesiva Resina	Adesiva	Mista
C i	-	-	-	15
C a	-	-	-	15
G1 i	-	-	-	15
G1 a	1	-	2	12
G2 i	1	1	-	13
G2 a	-	-	-	15
G3 i	-	1	2	12
G3 a	-	-	2	13
G4 i	1	-	2	12
G4 a	-	-	1	14
TOTAL	3	2	9	136
Porcentagem	2%	1,3%	6%	90,7%

Pelos dados apresentados na Tabela 7, é possível observar que 90,7% das fraturas foram do tipo mista (adesiva e coesiva na cerâmica e/ou resina). Além disso, nota-se que o menor percentual de fraturas foi do tipo coesiva em resina (1,3%) e coesiva em cerâmica (2%). Esses resultados podem ser mais bem evidenciados no Gráfico 6. As Figuras 1 a 10 ilustram falhas mistas encontradas no estudo.

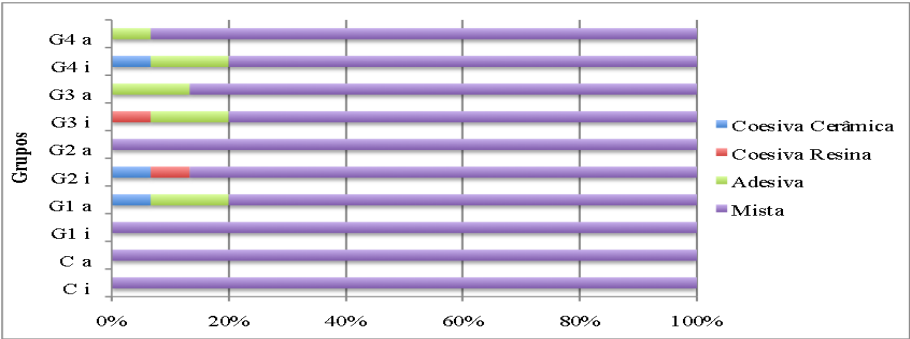


Gráfico 6 – Gráfico em barras horizontais ilustrando a diferença percentual dos padrões de fratura por grupo.

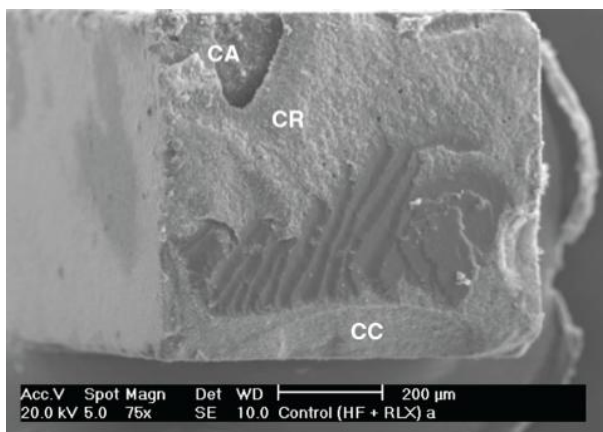


Figura 1 – Grupo Controle (subgrupo envelhecido): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na resina (CR) na parte superior, coesiva na cerâmica (CC) na parte inferior.

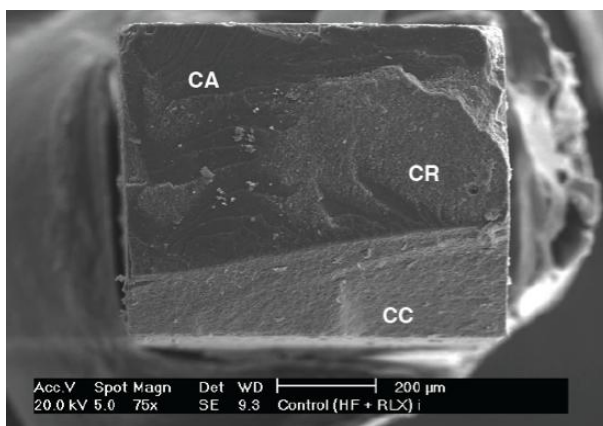


Figura 2 – Grupo Controle (subgrupo imediato): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva na cerâmica (CC) e coesiva na resina (CR) na parte superior, coesiva no adesivo (CA) na parte inferior.

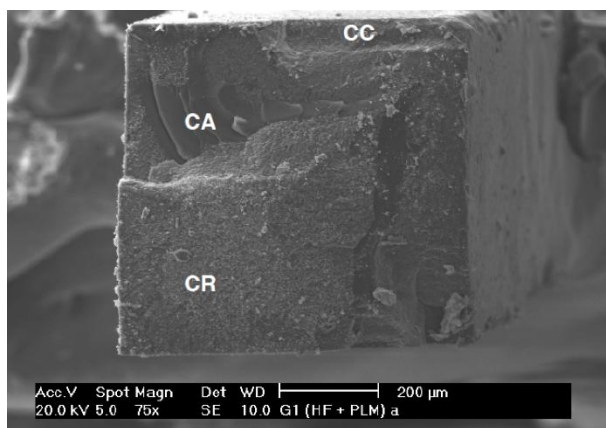


Figura 3 – Grupo G1 (HF+PLM) (subgrupo envelhecido): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na cerâmica (CC) na parte superior, coesiva na resina (CR) na parte inferior.

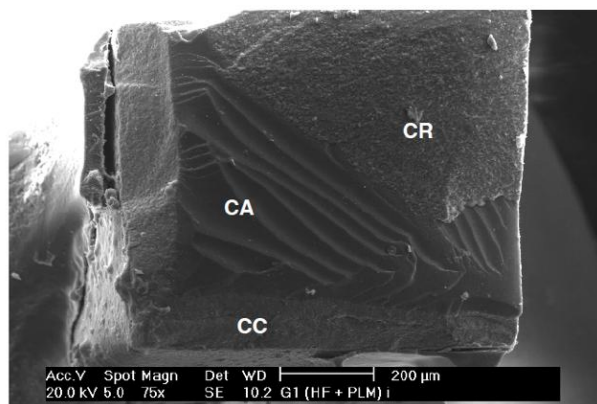


Figura 4 – Grupo G1 (HF+PLM) (subgrupo imediato): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na resina (CR) na parte superior, coesiva na cerâmica (CC) na parte inferior.

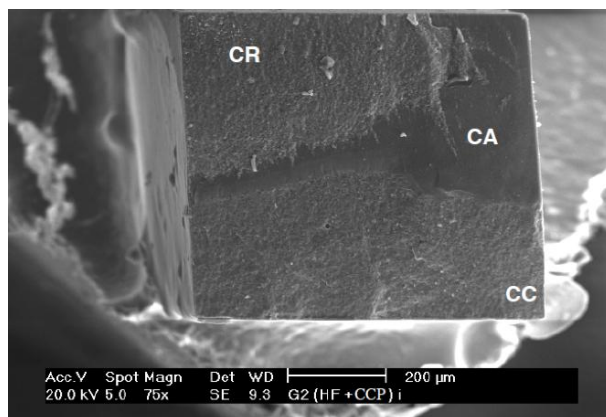


Figura 5 – Grupo G2 (HF+CCP) (subgrupo imediato): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na resina (CC) na parte superior, coesiva na resina (CR) na parte inferior.

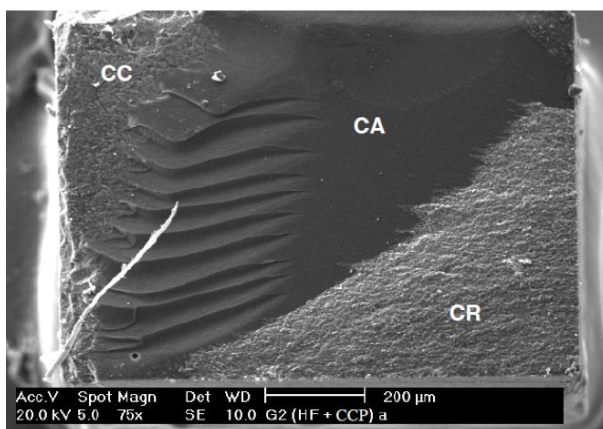


Figura 6 – Grupo G2 (HF+CCP) (subgrupo envelhecido): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na cerâmica (CC) na parte superior, coesiva na resina (CR) na parte inferior.

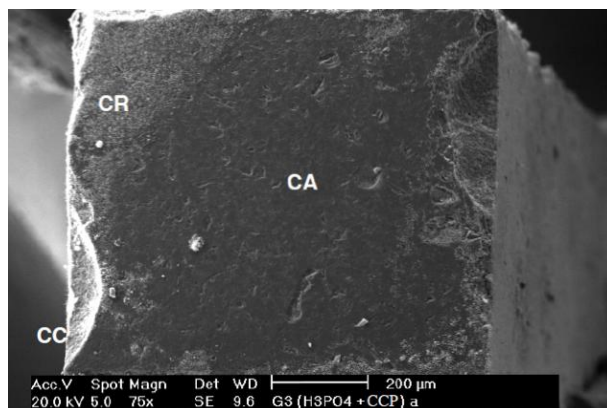


Figura 7 – Grupo G3 ($\text{H}_3\text{PO}_4+\text{CCP}$) (subgrupo envelhecido): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na resina (CR) na parte superior, coesiva na cerâmica (CC) na parte inferior.

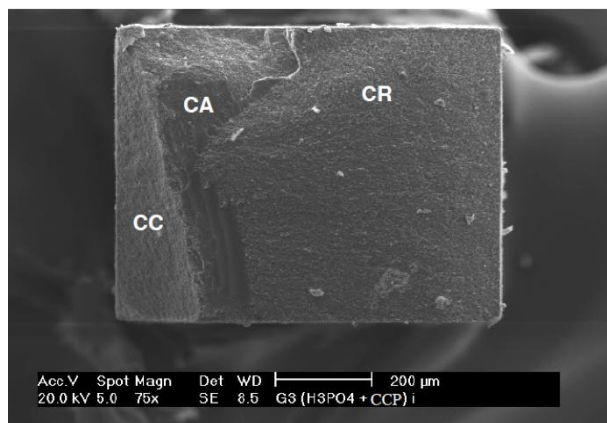


Figura 8 – Grupo G3 ($\text{H}_3\text{PO}_4+\text{CCP}$) (subgrupo imediato): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na resina (CR) na parte superior, coesiva na cerâmica (CC) na parte inferior.

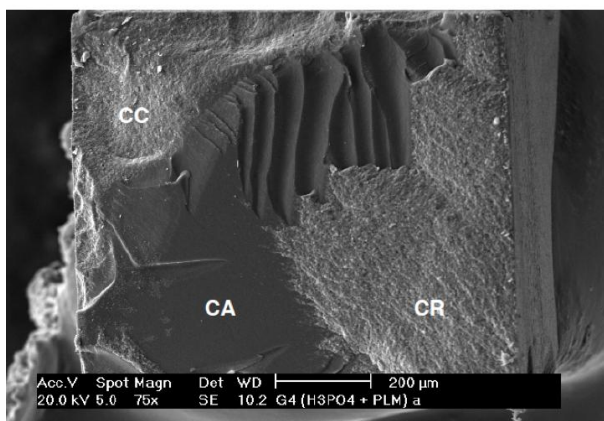


Figura 9 – Grupo G4 (H_3PO_4 +PLM) (subgrupo envelhecido): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva na cerâmica (CC) na parte superior, coesiva na resina (CR) e coesiva no adesivo (CA) na parte inferior.

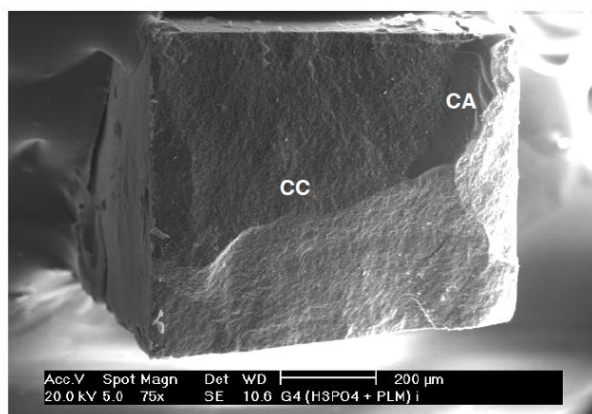


Figura 10 – Grupo G4 (H_3PO_4 +PLM) (subgrupo imediato): fotomicrografia mostrando o lado de cerâmica após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica desse grupo: coesiva no adesivo (CA) e coesiva na cerâmica (CC).

Discussão

6 DISCUSSÃO

O uso de agentes silanos para tratamento de superfície cerâmica é de suma importância para a obtenção de altos valores de resistência de união entre resina e cerâmica (FABIANELLI et al., 2010). Diante de tal contexto, a influência de diferentes agentes silanos sobre a resistência de união entre resina e cerâmica foi investigada antes e após armazenamento em saliva por 3 meses seguido por termociclagem a 5.000 ciclos (5 °C – 55 °C). A metodologia empregada neste estudo foi desenvolvida por Sano et al. (1994) para avaliar a estabilidade de resistência de união com maior precisão. Desde Van Noort et al. (1989), a busca por testes que melhor avaliem os valores de resistência de união da interface adesiva foi considerada necessária e relevante. Por esse motivo, de acordo com a literatura vigente, empregaram-se no presente estudo testes de microtração, devido à capacidade dos testes de tensão em revelar o valor de resistência da interface adesiva com maior precisão que os testes de cisalhamento (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000). Em virtude de os materiais utilizados serem fotopolimerizáveis, os testes iniciais de microtração (subgrupos i) foram realizados após 24 h de armazenamento em saliva artificial.

A confecção de retenções mecânicas é o primeiro passo no protocolo clínico dos procedimentos adesivos às cerâmicas ricas em sílica. Todos os corpos de prova foram jateados com óxido de alumínio (50 µm) e, em seguida, submetidos a tratamentos de superfície específicos. Nos corpos de prova do grupo controle, o tratamento de superfície efetuado foi o condicionamento com ácido HF seguido por silanização (silano convencional, sem monômero funcional ácido). O uso dessa abordagem adesiva justifica-se por estar amplamente validada na literatura (DELLA BONA; SHEN; ANUSAVICE, 2004; KATO et al., 1996; PEUMANS et al., 2007; SHEN et al., 2004). O ácido HF dissolve a fase vítrea da cerâmica, otimizando as microrretenções produzidas pelo jateamento com partículas de óxido de alumínio, o que melhora os valores de resistência de união entre resina e cerâmica (PANAH et al., 2008).

Contudo, o uso do ácido HF vem sendo amplamente discutido e, em muitos países, proibido por suas propriedades tóxicas e corrosivas (CÖMLEKOĞLU et al., 2009). Uma alternativa ao uso do ácido HF seria a otimização da união química à superfície cerâmica obtida por

agentes silanos. Tais agentes são moléculas bifuncionais, capazes de se unir tanto à matriz inorgânica da cerâmica quanto à orgânica das resinas empregadas nos procedimentos restauradores (MATINLINNA; VALLITTU, 2007). Para realizar a união química, é necessário que o silano esteja em sua forma hidrolisada, a fim de que haja formação de grupos silanóis, os quais irão reagir com a superfície cerâmica, formando ligações siloxânicas, responsáveis pela união química entre resina e cerâmica (BARGHI et al., 2000).

Outro fator que pode contribuir para o estabelecimento de forte e durável união entre resina e cerâmica é a utilização de moléculas funcionais acídicas (KOBAYASHI et al., 2009). Silanos convencionais formam união química com a superfície cerâmica por meio de ligações covalentes siloxânicas. Silanos contendo monômeros funcionais acídicos se valem de união adicional, já que também se ligam quimicamente aos óxidos metálicos presentes, em quantidades variáveis, na composição das cerâmicas (YESIL et al., 2009). A referida ligação entre óxidos metálicos do material cerâmico e monômeros funcionais do silano possivelmente beneficiaria a estabilidade da união. A efetiva e estável união às cerâmicas com alto conteúdo de óxidos metálicos, como no In Ceram Alumina (85% de alumina) ou no Y-TZP (90% de zircônia), mediante o uso de monômeros funcionais acídicos associados ao prévio jateamento da superfície cerâmica, está comprovada por diversos estudos (CAVALCANTI et al., 2009; KITAYAMA et al., 2010; YESIL et al., 2009).

A cerâmica utilizada no presente trabalho apresenta grande quantidade de cristais de dissilicato de lítio (70%), o que poderia resultar em maior interação entre os monômeros funcionais contidos em alguns silanos e os óxidos metálicos presentes na cerâmica (óxido de lítio). Entretanto, os resultados desta pesquisa demonstram que o uso de silanos contendo 10 MDP ou 4-META não foi capaz de, por si só, gerar estabilidade da união entre resina e cerâmica. É possível que esse achado tenha relação com a quantidade insuficiente de óxidos metálicos para estabelecer ligações químicas com os óxidos metálicos presentes na cerâmica, ou com a baixa reatividade dos óxidos metálicos presentes (óxido de lítio), ou talvez, ainda, com ambas as hipóteses.

Silanos contendo moléculas funcionais têm em seu protocolo clínico, segundo os fabricantes, a indicação de utilizar ácido fosfórico em substituição ao ácido HF. O ácido fosfórico não altera a morfologia da superfície cerâmica e é utilizado como agente de limpeza dela (BELLI et al., 2009). Além disso, relata-se a capacidade desse ácido,

assim como ocorre com o HF, de tornar o pH da superfície cerâmica mais baixo (ácido), o que otimiza a ativação do agente silano (FOXTON et al., 2003). Entretanto, no mesmo estudo, Foxton et al. (2003) demonstraram que silanos contendo monômeros funcionais ácidos não necessitariam de superfície com pH ácido para aumentar a quantidade de moléculas hidrolisadas.

A simulação do meio oral pode prever o desempenho clínico de procedimentos e materiais utilizados na prática diária (PEUMANS et al., 2007; SAAVEDRA et al., 2009). As condições de armazenamento utilizadas no atual estudo foram: armazenamento em solução de saliva artificial por 24 h e 90 dias seguido por termociclagem. Ambos os métodos utilizados são aceitos como formas viáveis para simulação da condição clínica em laboratório (BAILEY, 1989; PALMER et al., 1992; YANG et al., 2010). É considerado que a saliva artificial apresenta maior poder de hidrólise em relação à água destilada, o que pode resultar em melhor avaliação da estabilidade da união entre resina e cerâmica (SÖDERHOLM et al., 1996). Utilizou-se neste estudo armazenagem de corpos de prova com dimensões reduzidas, o que permitiu submeter a interface adesiva a maior exposição à degradação hidrolítica, em relação a corpos de prova de maior dimensão, devido à proporção de área exposta e não exposta ao meio aquoso. Em estudo laboratorial recente em que os autores utilizaram corpos de prova com área diminuta, demonstrou-se que o período de 90 dias de armazenamento, mesmo em água destilada, foi suficiente para detectar enfraquecimento das ligações covalentes estabelecidas entre o silano e a resina composta (ABOUSHELIB et al., 2009). Cumpre ressaltar que no presente estudo, após o armazenamento proposto, foi adicionada termociclagem (5.000 ciclos, 5 °C – 55 °C) para seguir um protocolo que melhor simule o meio oral, capaz de dar ao trabalho mais semelhança com a realidade clínica (PALMER et al., 1992).

Os resultados do presente trabalho demonstram que, após o período de 90 dias de armazenamento em saliva artificial seguido por termociclagem, a maioria dos grupos apresentou diminuição estatisticamente significativa dos valores de resistência de união, com exceção dos grupos Controle e G1, em que não houve diferença estatisticamente significativa entre seus subgrupos. Tal achado nos leva às duas interpretações a seguir. Primeiro, a estabilidade da união entre resina e cerâmica independe do uso de monômeros funcionais ácidos empregados, uma vez que tanto no grupo Controle, que utilizou silano convencional, quanto no grupo G1, que utilizou silano com o monômero

adesivo 4-META, a diferença entre os valores de resistência de união nos dois momentos estudados foi estatisticamente insignificante. Por outro lado, importante ressaltar que no grupo G2, em que foi empregado silano contendo 10 MDP, apesar da diminuição estatisticamente significativa entre os dois momentos, houve maior valor de união inicial e o segundo maior valor após o longo armazenamento testado. Portanto, constata-se que os dois maiores valores de união após armazenamento seguido por termociclagem foram obtidos nos grupos em que o ácido HF foi associado a um silano com monômeros adesivos, demonstrando que esses agentes, apesar de não serem imprescindíveis para a estabilidade de união, são importantes. Esse achado está de acordo com outro estudo (BRENTTEL et al., 2007), que, utilizando silanos com monômero funcional ácido (4-META) após condicionamento ácido, demonstrou que essa associação resultou em altos e estáveis valores de união entre resina e cerâmica. Segundo, o condicionamento da superfície cerâmica com ácido HF foi importante para a união entre resina e cerâmica, já que somente os grupos submetidos a esse tratamento, previamente à aplicação do agente silano, registraram estabilidade da união. Mesmo no grupo G2, em que o subgrupo G2a não foi estável em relação ao G2i, os valores de resistência de união após armazenamento e termociclagem foram nitidamente maiores que os registrados nos subgrupos G3a e G4a. Importante ressaltar que os grupos em que foi utilizado o ácido HF mostraram, mesmo após o armazenamento por longo período, valores de união estatisticamente iguais aos registrados pelos grupos G3 e G4 no momento inicial. Este achado está de acordo com outros estudos que simularam o meio oral com armazenamento longo e termociclagem e registraram maior estabilidade de união entre resina e cerâmica quando foi utilizada a associação ácido HF + silano (BRENTTEL et al., 2007; OZCAN et al., 2009; PEUMANS et al., 2007; ROULET et al., 1995).

Tomando por base os valores de resistência de união iniciais, subgrupos i, interpretações erradas poderiam ser aferidas, como, por exemplo, a eliminação do condicionamento com ácido HF do procedimento adesivo, já que os valores de resistência de união dos subgrupos condicionados com ácido HF previamente à silanização (C1, G1i, G2i) foram estatisticamente equivalentes aos obtidos nos subgrupos onde foi aplicado ácido H_3PO_4 (G3i e G4i). Meyer Filho et al. (2004) obtiveram semelhante conclusão, porém no trabalho não houve simulação do meio oral.

O armazenamento por períodos prolongados seguido por

termociclagem, como empregado no estudo aqui desenvolvido, parece ter impacto para o envelhecimento dos espécimes testados, podendo gerar conclusões que se assemelham à realidade clínica. Após armazenamento em 90 dias em saliva artificial associado à termociclagem, os valores de resistência de união entre resina e cerâmica dos subgrupos submetidos ao envelhecimento que utilizaram o condicionamento com ácido HF não mostraram diferença estatisticamente significativa entre si, independentemente do tipo de silano utilizado (Tabela 6). Esse fato leva a concluir que o tipo de ácido utilizado, HF, foi mais importante para a estabilidade da união que o tipo de silano utilizado, convencional ou contendo monômeros funcionais acídicos.

A análise dos padrões de fratura deste estudo demonstrou que a grande maioria das falhas (96,7%) ocorreu na interface adesiva, validando os resultados encontrados aqui como valores reais de resistência de união entre resina e cerâmica. O modo de falha com maior prevalência encontrado no presente estudo foi o modo misto, com 90,7% das falhas. O segundo modo de fratura encontrado foi falha coesiva na cerâmica (2%), seguido por falhas coesivas em resina composta (1,7%). A presente análise das falhas, nos grupos G3a e G4a, sugere que houve otimização da união química pelos silanos contendo monômeros funcionais acídicos, já que a maioria das falhas, mesmo após o envelhecimento, foram de natureza mista, ainda que resultando em menores valores de resistência adesiva. Estudos utilizando metodologia que inclui silanos com monômeros funcionais acídicos encontraram modo de falha diferente do aqui observado, registrando até 100% de falhas adesivas após envelhecimento (OZCAN et al., 2009). Entretanto, um maior período de armazenamento e de termociclagem que utilizaram pode ter contribuído para a degradação hidrolítica da união química. Estudos futuros podem investigar com maior precisão o fator responsável pelo padrão de fratura encontrado nos subgrupos G3a e G4a.

Conclui-se que, no presente trabalho, uma hipótese nula foi aceita, ou seja, silanos contendo monômeros funcionais acídicos não influenciam a estabilidade da união entre resina e cerâmica. As outras duas hipóteses nulas foram rejeitadas. A análise estatística demonstrou que o armazenamento influi na estabilidade dos valores de união entre resina e cerâmica, e que as retenções micromecânicas geradas com a utilização do ácido HF mostram-se fundamentais para a estabilidade da união entre resina e cerâmica.

Conclusões

7 CONCLUSÕES

Consideradas as limitações deste estudo, é possível concluir que:

- a) os monômeros funcionais acídicos não influenciam a estabilidade de união entre resina e cerâmica após a condição de armazenamento e a termociclagem testadas;
- b) o armazenamento de 90 dias em saliva artificial seguido por termociclagem influencia na estabilidade de união entre resina e cerâmica; e
- c) o ácido hidrofluorídrico é imprescindível para a estabilidade em longo prazo da união entre resina e cerâmica, já que somente os grupos em que foi empregado foram capazes de manter a estabilidade de união.

Referências

REFERÊNCIAS

- ABOUSHELIB, M. N. et al. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 25, n. 8, p. 989-993, Aug. 2009.
- AIDA, M. T.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA, K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 73, n. 5, p. 464-470, May 1995.
- ANAGNOSTOPOULOS, T.; ELIADES, G.; PALAGHIAS, G. Composition, reactivity and surface interactions of 3 dental silane primers. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 9, n. 3, p. 182-190, May 1993.
- BAILEY, J. H. Porcelain-to-composite bond strengths using four organosilane materials. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 61, n. 2, p. 174-177, Feb. 1989.
- BAILEY, J. H.; BENNETT, R. J. DICOR® surface treatments for enhanced bonding. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 67, n. 6, p. 925-931, June 1988.
- BARGHI, N.; BERRY, T.; CUNG, K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 27, n. 5, p. 407-412, Jan. 2000.
- BELLI, R. et al. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, Nov. 2009. No prelo.
- BRENTEL, A. S. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 23, n. 11, p. 1323-1331, Jan. 2007.
- CAVALCANTI, A. N. et al. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 34, n. 3, p. 280-287, May/June 2009.

CÖMLEKOĞLU, M. E. et al. Preliminary evaluation of titanium tetrafluoride as an alternative ceramic etchant to hydrofluoric acid. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 11, n. 6, p. 447-453, Dec. 2009.

CULLER, S. et al. Investigation of silane priming solutions to repair porcelain crowns. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 65, n. Spec Issue, p. 191, Mar. 1986.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY, J. J. Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 19, n. 8, p. 693-699, Dec. 2003.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 2, n. 4, p. 305-313, Winter 2000.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVISE, K. J. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 20, n. 4, p. 338-344, May 2004.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 74, n. 9, p. 1591-1596, Sept. 1995.

EAMES, W. B. et al. Bonding agents for repairing porcelain and gold: an evaluation. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 2, n. 3, p. 118-124, Summer 1977.

EDELHOFF, D.; SPIEKERMANN, H.; YILDIRIM, M. Metal-free inlay-retained fixed partial dentures. **Quintessence Int.**, Berlin, v. 32, n. 4, p. 269-281, Apr. 2001.

FABIANELLI, A. et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. **J. Dent.**, Bristol, v. 38, n. 1, p. 39-43, Jan. 2010.

MEYER FILHO, A. et al. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. **J. Prosthodont.**, Philadelphia, v. 13, n. 1, p. 28-35, Mar. 2004.

FOXTON, R. M. et al. Relationship between ceramic primer and ceramic surface pH on the bonding of dual-cure resin cement to ceramic. **Dent. Mater.**, v. 19, n. 8, p. 779-789, Dec. 2003.

FRANCO, E. B. et al. Evaluation of compatibility between different types of adhesives and dual-cured resin cement. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 4, n. 4, p. 271-275, Winter 2003.

HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 2, p. 179-188, Mar. 2002.

_____. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 20, n. 7, p. 635-642, Sept. 2004.

KAMADA, K. K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 79, n. 5, p. 508-513, May 1998.

KATO, H. et al. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 75, n. 2, p. 163-168, Feb. 1996.

KITAYAMA, S. et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 26, n. 5, p. 426-432, May 2010.

KOBAYASHI, K. et al. Influence of priming agents on the short-term bond strength of an indirect composite veneering material to zirconium dioxide ceramic. **Quintessence Int.**, Berlin, v. 40, n. 7, p. 545-551, July/Aug. 2009.

KUKIATTRAKOON, B.; THAMMASITBOON, K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 98, n. 1, p. 17-23, July 2007.

KUMBULOGLU, O. et al. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 32, n. 2, p. 128-133, Feb. 2005.

LEHMANN, F.; KERN, M. Durability of resin bonding to zirconia ceramic using different primers. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 11, n. 6, p. 479-483, Dec. 2009.

MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 34, n. 8, p. 622-630, Aug. 2007.

MATSUMURA, H.; KATO, H.; ATSUTA, M. Shear bond strength to feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three surface treatments. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 78, n. 5, p. 511-517, Nov. 1997.

OZCAN, M. et al. Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 25, n. 12, p. 1477-1483, Dec. 2009.

OZCAN, M.; VALLITTU, P. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 19, n. 8, p. 725-731, Dec. 2003.

PALMER, D. S.; BARCO, M. T.; BILLY, E. J. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 67, n. 3, p. 325-327, Mar. 1992.

PANAH, F. G.; REZAI, S. M.; AHMADIAN, L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. **J. Prosthodont.**, Philadelphia, v. 17, n. 5, p. 409-414, July 2008.

PERDIGÃO, J. et al. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. **J. Esthet. Restor. Dent.**, Hamilton, v. 14, n. 1, p. 31-38, 2002.

PEUMANS, M. et al. Bond durability of composite luting agents to ceramic when exposed to long-term thermocycling. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 32, n. 4, p. 372-379, July/Aug. 2007.

PISANI-PROENCA, J. et al. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 96, n. 6, p. 412-417, Dec. 2006.

ROULET, J. F.; SÖDERHOLM, K. J.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 74, n. 1, p. 381-387, Jan. 1995.

SAAVEDRA, G. et al. Effect of acid neutralization and mechanical cycling on the microtensile bond strength of glass-ceramic inlays. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 34, n. 2, p. 211-216, Mar./Apr. 2009.

SANO, H. et al. Relationship between surface-area for adhesion and tensile bond strength - evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 10, n. 4, p. 236-240, July 1994.

SHEN, C.; OH, W. S.; WILLIAMS, J. R. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 91, n. 5, p. 453-458, May 2004.

SHIMADA, Y.; YAMAGUCHI, S.; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 5, p. 380-388, July 2002.

SÖDERHOLM, K. J.; MUKHERJEE, R.; LONGMATE, J. Filler leachability of composites stored in distilled water or artificial saliva. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 75, n. 9, p. 1692-1699, Sept. 1996.

STACEY, G. A shear-stress analysis of the bonding of porcelain veneers to enamel. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 70, n. 5, p. 395-402, Nov. 1993.

TAY, F. R. et al. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 5, n. 1, p. 27-40, Spring 2003.

TORRES, S. M. et al. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 34, n. 4, p. 399-407, July/Aug. 2009.

VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J. Dent.**, Bristol, v. 17, n. 2, p. 61-67, Apr. 1989.

YANG, B.; BARLOI, A.; KERN, N. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 26, n. 1, p. 44-50, Jan. 2010.

YESIL, Z. D. et al. Evaluation of the bond strength of different bonding agents to porcelain and metal alloy. **Int. J. Adhes. Adhes.**, Bristol, v. 29, n. 1, p. 32-35, Jan. 2009.